

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2002-518423

(P2002-518423A)

(43) 公表日 平成14年6月25日 (2002.6.25)

|                           |      |              |             |
|---------------------------|------|--------------|-------------|
| (51) Int.Cl. <sup>7</sup> | 識別記号 | F I          | テマコード* (参考) |
| A 6 1 K 7/06              |      | A 6 1 K 7/06 | 4 C 0 8 3   |
| 7/11                      |      | 7/11         |             |

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 63 頁)

(21) 出願番号 特願2000-555574(P2000-555574)  
 (86) (22) 出願日 平成11年6月4日 (1999.6.4)  
 (85) 翻訳文提出日 平成12年12月22日 (2000.12.22)  
 (86) 国際出願番号 P C T / I B 9 9 / 0 1 0 3 0  
 (87) 国際公開番号 W O 9 9 / 6 6 8 8 8  
 (87) 国際公開日 平成11年12月29日 (1999.12.29)  
 (31) 優先権主張番号 0 9 / 1 0 2 , 0 3 9  
 (32) 優先日 平成10年6月22日 (1998.6.22)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)  
 (81) 指定国 EP (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), AU, BR, CA, CN, JP, MX

(71) 出願人 ザ、プロクター、エンド、ギャンブル、カンパニー  
 THE PROCTER AND GAMBLE COMPANY  
 アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、ワン、プロクター、エンド、ギャンブル、プラザ (番地なし)  
 (72) 発明者 ベフリー、マジョリー モスマン  
 アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、エレンウッド、ドライブ 8358  
 (74) 代理人 弁理士 曾我 道照 (外6名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ヘアスタイリング組成物

(57) 【要約】

(a) 約0.01%~約20%のシリコーンを含有しないヘアスタイリングに好適なポリマー; (b) パーソナルケア組成物が約0.01%~約10%のオルガノポリシロキサンを含むような量のオルガノポリシロキサン微粒子状エマルジョン; (c) 少なくとも1つの第四級アンモニウム部分を含有する液状の親水性非ポリマーカチオン系化合物を約0.1%~約20%; 及び (d) 約3%~約99%のキャリアを含むパーソナルケア組成物、特にヘアスタイリング組成物を開示する。本発明のパーソナルケア組成物は、組成物のこわばりやべとつきという欠点をなくし、良好なスタイルを保持し、例えば、更に黒い、光沢のある毛髪のような毛髪的美観の改善を提供する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 毛髪をスタイリングするのに好適なパーソナルケア組成物であって、以下を含む：

( a ) 約 0.01 % ～ 約 20 % のシリコーンを含有しない、ヘアスタイリングに好適なポリマー；

( b ) オルガノポリシロキサン微粒子状エマルションであって：

( i ) 微粒子状エマルション中で粒子として分散するオルガノポリシロキサンであり、オルガノポリシロキサンは、ヒドロキシル基と組合せたアミノ基を実質的に含まず、約 80 ナノメートル未満の平均粒子サイズを有し、

( i i ) 微粒子状エマルション中にオルガノポリシロキサンを分散させるための、ヘアスタイリングポリマーに適合した界面活性剤システムを含み；

その際、微粒子状エマルションの量は、パーソナルケア組成物が約 0.01 % ～ 約 10 % のオルガノポリシロキサンを含むような量であり；及び

( c ) 少なくとも 1 つの第四級アンモニウム部分を含有する約 0.1 % ～ 約 20 % の液状の親水性非ポリマーカチオン系化合物；及び

( d ) キャリアであって、

( i ) 水； 水溶性有機溶媒； 水素結合パラメーターがきわめて大きいまたは中等度に大きい有機溶媒；およびその混合物； から成る群から選択される、組成物重量の約 3 % ～ 約 99 % の第 1 の溶媒で、

その第 1 の溶媒は、 $C_1 \sim C_3$  の一価アルコール、 $C_1 \sim C_3$  のケトン及び  $C_1 \sim C_3$  のエーテル以外であり；および、

( i i ) 任意で、 $C_1 \sim C_3$  の一価アルコール類、 $C_1 \sim C_3$  のケトン類、 $C_1 \sim C_3$  のエーテル、及びそれらの混合物から成る群から選択される約 0 % ～ 約 55 % の第 2 の溶媒を含む。

【請求項 2】 前記組成物が約 0.1 % ～ 約 10 % の前記カチオン系化合物を含む請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】 前記カチオン系化合物が更に少なくとも 1 つのグリコシル部分を含む請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 4】 前記カチオン系化合物が、クオータニウム 22、ラウリルメ

チルグルセス-10-ヒドロキシプロピル塩化ジモニウム及びそれらの混合物から成る群から選択される請求項3に記載の組成物。

【請求項5】 前記カチオン系化合物がクオータニウム22である請求項4に記載の組成物。

【請求項6】 前記カチオン系化合物が更に少なくとも1つのアルキレンオキシド部分を含む請求項1に記載の組成物。

【請求項7】 前記カチオン系化合物が、PPG-40塩化ジエチルモニウム、PEG-15塩化ココモニウム、PEG-2塩化ココモニウム、PPG-9塩化ジエチルモニウム、PPG-40塩化ジエチルモニウム及びそれらの混合物から成る群から選択される請求項6に記載の組成物。

【請求項8】 前記カチオン系化合物更に少なくとも1つのエチルサルフェート部分を含む請求項1に記載の組成物。

【請求項9】 前記カチオン系化合物が、コアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート、ステアラミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート、イソステアルアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート、イソステアリルエチルイミドニウムエトサルフェート、クオータニウム61、ソヤミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート、サフラワーアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート、ラペシードアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート、アプリコットアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート、ウイートジャームアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート、カノールアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート及びそれらの混合物から成る群から選択される請求項8に記載の組成物。

【請求項10】 前記カチオン系化合物が更に塩化エポキシプロピル部分を含む請求項1に記載の組成物。

【請求項11】 前記カチオン系化合物が、クオータニウム62、ラペシードアミドプロピルエポキシプロピル塩化ジモニウム及びそれらの混合物から成る群から選択される請求項10に記載の組成物。

【請求項12】 前記カチオン系化合物が更にラウリルアセチル部分及びイソステアリルアセチル部分から成る群から選択されるエステル部分を含む請求項

1 に記載の組成物。

【請求項13】 カチオン系化合物が、ジラウリルアセチル塩化ジモニウム、イソステアルアミドプロピルラウリル塩化アセトジモニウム及びそれらの混合物からなる群から選択される請求項12に記載の組成物。

【請求項14】 前記カチオン系化合物が更に少なくとも1つの塩化エトキシ部分を含む請求項1に記載の組成物。

【請求項15】 カチオン系化合物がアルキル  $C_{12} \sim C_{18}$  のジメチルアンモニウム塩化エトキシである請求項14に記載の組成物。

【請求項16】 組成物が、約0.5%～約10%のヘアスタイリングポリマーを含む請求項1に記載の組成物。

【請求項17】 前記ポリマーが少なくとも1つのビニルピロリドンのモノマーを含有する請求項1に記載の組成物。

【請求項18】 前記ポリマーが、PVP、PVP/VACOPOL、ポリクオータニウム11、及びそれらの混合物から成る群から選択される請求項17に記載の組成物。

【請求項19】 前記ポリマーが少なくとも1つのヒドロキシエチルセルロースのモノマーを含有する請求項1に記載の組成物。

【請求項20】 前記ポリマーがポリクオータニウム4、ポリクオータニウム10、及びそれらの混合物から成る群から選択される請求項19に記載の組成物。

【請求項21】 前記ポリマーが少なくとも1つのキチン部分を含有する請求項1に記載の組成物。

【請求項22】 前記ポリマーが、キトサン乳酸塩、キトサンPCA及びそれらの混合物から成る群から選択される請求項21に記載の組成物。

【請求項23】 更に可塑剤を含む請求項1に記載の組成物。

【請求項24】 ポリマー重量の少なくとも約100%のレベルで可塑剤を含む請求項1に記載の組成物。

【請求項25】 ポリマー重量の少なくとも約200%のレベルで可塑剤を含む請求項1に記載の組成物。

【請求項26】 有機親水性化合物である可塑剤を更に含む請求項1に記載の組成物。

【請求項27】 湿潤剤である可塑剤を更に含む請求項1に記載の組成物。

【請求項28】 前記可塑剤が更に少なくとも1つのヒドロキシル基を含む請求項26に記載の組成物。

【請求項29】 前記可塑剤が、グリセリン、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、ジエチレングリコール、及びそれらの混合物から成る群から選択される請求項28に記載の組成物。

【請求項30】 第2の溶媒がC<sub>1</sub>～C<sub>3</sub>の一価アルコール類から成る群から選択される請求項1に記載の組成物。

【請求項31】 一価アルコールが、エタノール、n-プロパノール、イソプロパノール、及びそれらの混合物から成る群から選択される請求項30に記載の組成物。

【請求項32】 第1の溶媒が水である請求項30に記載の組成物。

【請求項33】 組成物が約40%以下の前記C<sub>1</sub>～C<sub>3</sub>の一価アルコールを含む請求項32に記載の組成物。

【請求項34】 組成物が約16%以下の前記C<sub>1</sub>～C<sub>3</sub>の一価アルコールを含む請求項33に記載の組成物。

【請求項35】 組成物が約6%以下の前記C<sub>1</sub>～C<sub>3</sub>の一価アルコールを含む請求項33に記載の組成物。

【請求項36】 請求項1に記載の組成物の有効量を毛髪に適用することを含む毛髪をスタイルを整える方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【産業上の利用分野】

本発明は、パーソナルケア組成物、特に、少なくとも1つの第四級アンモニウム部分を含有する液状の親水性非ポリマーカチオン系化合物及びシリコーン微粒子状エマルジョンを含有するヘアスタイリング組成物に関する。本発明は更に、少なくとも1つの第四級アンモニウム部分を含有する液状の親水性非ポリマーカチオン系化合物、シリコーン微粒子状エマルジョン及び低級一価アルコールを含有する安定なヘアスタイリング組成物に関する。

## 【0002】

## 【発明が解決しようとする課題】

毛髪を特定のスタイルや形状に保ちたいという欲求は大きく、絶えることがない。これを実現するために、典型的には、機械的なポンプスプレー装置又は加圧エアゾール密閉容器から取り分けるムース、ジェル、ローション及びスプレー組成物を含めた数多くの媒体が見い出されている。このような組成物には一時的なセットの効果があり、通常は水または洗髪により除去することができる。これらの種類のヘアスタイリング剤に使用される、毛髪にスタイルや形を付与する材料は通常、樹脂、ゴム、および粘着性のポリマーである。これらの製品の多くも短期間でポリマーの優れた被膜を作るために低級アルコールを含んでいる。

## 【0003】

多くの人々は、ヘアスタイリング製品によって高いレベルでスタイルが保持、又は維持されることを望んでいる。更に、世の中には、毛髪の美しさを改善し、且つスタイルを変える効果も提供するようなヘアスタイリング組成物を求める消費者もいる。例えば、中国人の多くはコンディショナーの使用が少ないために毛髪が大変傷む傾向があり、欧米の消費者よりも髪を切る頻度が少なく、環境的に負の要素（硬水、公害など）を持っている。このような傷みは毛髪がくすんで見える原因となる。従って、このような消費者のほとんどは、例えば、更に黒い、更に光沢のある毛髪というような美観の改善と更に健康且つ更に美しい毛髪というものを同一視している。その上、洗髪の頻度が低く、ヘアスタイリング組成物

の価格（収入に対して）が高いために、追加の物品を適用せずに毛髪スタイルを変える能力が、世の中で広く求められている。

#### 【 0 0 0 4 】

残念ながら、良好な保持特性を有するヘアスタイリング物品はほとんど、毛髪の良い美観を提供できないという欠点を持っている。シリコーンはこわばりやべとつきを最小限にとどめる傾向があり、好ましく滑らかな又は柔らかい毛髪の感触を提供する。残念ながら、シリコーンエマルジョンには、ヘアスタイリング組成物で調製するのに困難を伴う傾向がある。ヘアスタイリング組成物は、複雑なものになりがちで、不適合となる可能性を持った、異なる目的のための数多くの成分を必要とする。例えば、シリコーンエマルジョンは低級アルコールを含む組成物中では不安定となる傾向にあり、組成物の相分離を起こす結果となる。この系の他の配合不適としては、例えばポリマーとポリマーまたはポリマーと界面活性剤の相互作用があり、この場合も相分離を起こす結果となる。この相分離は、目に見える美的理由のみならず、性能という理由でも望ましくない。製品に相分離がおきると製品のヘアスタイル保持能力および／または髪の質感を高める性能が低下する。その上、美的改善を提供するような製品は、製品の性能（即ち、保持）及び製品の形状（即ち、泡立ち）を犠牲にするという欠点を持っている。

#### 【 0 0 0 5 】

従って、製品の性能及び製品の形状を犠牲にすることなく、毛髪的美観を改善しつつ、スタイル保持を提供するヘアスタイリング組成物に対するニーズが存在する。その上、このような特性をすべて組込み、且つスタイルを変える効果を提供するような製品に対するニーズが存在する。

#### 【 0 0 0 6 】

驚くべきことに、（i）シリコーンを含有しないヘアスタイリングポリマー、（ii）任意の可塑剤、（iii）アミノ基及びヒドロキシル基の組合せを実質的に含まない、且つ特定の、即ち、約80nm未満の粒子サイズを有するシリコーン微粒子状エマルジョン、（iv）少なくとも1つの第四級アンモニウム部分を含有する液状の親水性非ポリマーカチオン系化合物、（v）ヘアスタイリングポリマーに対する特定の溶媒システムの組合せを採用することによって、このよう

な効果を提供し、約 55%までの一価アルコールを含有する安定なヘアスタイリング組成物を提供できることが見い出された。

#### 【 0 0 0 7 】

従って、少なくとも 1 つの第四級アンモニウム部分を含有する液状の親水性非ポリマーカチオン系化合物、及びシリコーン微粒子状エマルションを含有する安定なヘアスタイリング組成物、特に、低級アルコールも含有する組成物を提供することが本発明の目的である。

#### 【 0 0 0 8 】

良好なスタイルを保持するヘアスタイリング組成物を提供することは、本発明のもう 1 つの目的である。製品の性能または製品の形状を犠牲にすることなく毛髪を美的に改善するヘアスタイリング組成物を提供することが、本発明のもう 1 つの目的である。本発明のもう 1 つの目的は、外観と手触りの両方が自然であるヘアスタイリング剤組成物を提供することである。

#### 【 0 0 0 9 】

本発明のもう 1 つの目的はヘアスタイルを整える方法と保持する方法を提供することである。本発明のもう 1 つの目的は製品の性能または製品の形状を犠牲にすることなくスタイルを変える効果を提供するヘアスタイリング組成物を提供することである。

これら及び他の目的は、以下の詳細な記述から容易に明らかになるであろう。

#### 【 0 0 1 0 】

##### 【 発明の要約 】

本発明は、約 0.01%～約 20%のシリコーンを含有しないヘアスタイリングに好適なポリマー；パーソナルケア組成物が約 0.01%～約 10%のオルガノポリシロキサンを含むような量で微粒子状エマルションが存在するオルガノポリシロキサン微粒子状エマルション；約 0.1%～約 20%の少なくとも 1 つの第四級アンモニウム部分を含有する液状の親水性非ポリマーカチオン系化合物；及び約 3%～約 99%のキャリアを含むパーソナルケア組成物、特にヘアスタイリング組成物に関する。ポリシロキサン微粒子状エマルションは言い換えると、微粒子状エマルション中に粒子として分散するオルガノポリシロキサンを含み、



オルガノポリシロキサンは実質的にはヒドロキシル基と組合せたアミノ基を含まず、平均粒子サイズは約80ナノメータ未満であり、ヘアスタイリングポリマーに適合する微粒子状エマルジョン中でオルガノポリシロキサンを分散するための界面活性剤システムを有する。キャリアは言い換えると、水；水溶性有機溶媒；水素結合パラメータが強く乃至は中等度に強い有機溶媒；及びその混合物から成る群から選択される、組成物重量の約3重量%～約99重量%の第1の溶媒を含み；第1の溶媒は、 $C_1 \sim C_3$ の一価アルコール、 $C_1 \sim C_3$ のケト及び $C_1 \sim C_3$ のエーテル以外であり、任意で、 $C_1 \sim C_3$ の一価アルコール、 $C_1 \sim C_3$ のケト、 $C_1 \sim C_3$ のエーテル、及びその混合物から成る群から選択される約0%～約55%の第2の溶媒を含む。

#### 【 0 0 1 1 】

本発明の組成物は、低級アルコールの存在下でヘアスタイルの保持及び美観を提供することが見い出された。本明細書で特定するような精選したスタイリングポリマー及び可塑剤を組込むことによって、良好なスタイルを保持し、且つ毛髪の美観を改善することに加えてスタイルを変える効果が提供されることも見い出された。

#### 【 0 0 1 2 】

##### 【 発 明 の 説 明 】

本発明の必須成分を下記に詳述する。さらに本発明の実施様態において有効なさまざまな任意の構成成分および好ましい構成成分についての非限定的な説明を行う。

本発明は必要な成分または任意の成分および／または本明細書に記述される制限のいずれかを含み、構成し、または実質的に構成し得る。

すべてのパーセンテージおよび割合は指示がない限り重量で計算されている。すべてのパーセンテージは指示がない限り組成物全体を基準にして計算されている。

すべての分子量は重量平均分子量であり単位はグラム／モル (g/mol) である。

溶解度パラメータはすべて、ヒルダーブランド (Hilderbrand) 単位 (H) で与

えられ、 $(\text{cal}\cdot\text{cm}^{-3})^{1/2}$ と同等である。

すべての成分濃度は指示がない限りその成分の活性濃度を基準とし、市販のその成分の供給源に存在し得る溶媒、副産物、またはその他の不純物は除かれる。

すべての測定は特に指定のない限り、ほぼ73°Fの室温で行った。

すべての特許、特許出願、および出版物を含めて本明細書中で参考として引用されるすべての文献は、その全てを本明細書に組み入れる。

本明細書で使用されるとき、用語「ヒトの毛髪への適用に好適な」などは、そのように説明された組成物又はその構成成分が、過度の毒性、不適合性、不安定性、アレルギー反応などを伴わずに、ヒトの毛髪及び頭皮および皮膚に接触して使用するのに好適であることを意味する。

この組成物の構成成分は全体の組成が適合するように選択される。本明細書で使用される適合とは顕著な相分離がないこと、例えば、明らかな形での本組成物の美的性状または機能的特性を著しく損なうような過度の濁り、層化または沈殿がないことを意味する。

好ましい組成物は、ヘアスタイリングポリマー、シリコーン微粒子状エマルション及びキャリアの混合物が実質的に均一な溶液または均一な分散液（好ましくは微粒子分散液）、更に好ましくは見た目に実質的に透明から半透明であるようなものである。好ましい最終組成物は、このような特性によって特徴付けられるようなものである。

好ましい組成物とは必須成分の混合物が、標準分光法によって定められるがごく波長460nmにおける%透過率が少なくとも約50%を示す組成物である。好ましい最終組成物は、このような特性によって特徴付けられるようなものである。

### 【 0 0 1 3 】

#### ヘアスタイリングポリマー

本発明の組成物は、毛髪にスタイリング能を提供するための非シリコーン含有ヘアスタイリングポリマーを含む。ヘアスタイリングポリマーは、毛髪の形をまとめ、スタイリングできるように粘着性を持っており、そしてそれは毛髪をシャンプーまたはリンスすることによって再剥離できるべきである。1又はそれ以上

のヘアスタイリングポリマーを用いてもよい。ヘアスタイリングポリマーの総量は一般に、約 0.01%～約 20%、好ましくは約 0.1%～約 15%、より好ましくは約 0.5%～約 10% である。様々なヘアスタイリングポリマーが本発明に好適である。組成物中のポリマーの溶解度および組成物のイオン性を考慮して、特定のポリマーを当業者が選ぶことになるであろう。

好適なヘアスタイリングポリマーは、ポリマーがキャリアと共に実質的に均一な溶液又は分散液（好ましくは微粒子状分散液）を形成するように、組成物に用いられる比率において本明細書に記載されたキャリア中で可溶性又は分散性であるものである。溶解度／分散性は周囲条件下の温度と気圧（25℃，101.3 kPa（1 気圧））にて測定する。ポリマーの溶解度／分散性はできれば中和後測定すべきである。

#### 【 0 0 1 4 】

好適な非シリコーン含有ヘアスタイリングポリマーには、ノニオン系、アニオン系、カチオン系、及び両性ポリマー、及びそれらの混合物が挙げられる。非シリコーン含有ヘアスタイリングポリマーは、合わせた総量で好ましくは組成物の約 0.01 重量%～約 20 重量%、より好ましくは約 0.1 重量%～約 15 重量%、および最も好ましくは約 0.5 重量%～約 10 重量%ほど存在する。

好適なカチオンポリマーには、ポリクォータニウム-4（セルクェット H-100；L200-供給元ナショナルスターチ）；ポリクォータニウム-10（セルクェット SC-240C；SC-230M-供給元ナショナルスターチ）；（ユーケアポリマーシリーズ-JR-125、JR-400、LR-400、LR-30M、LK、供給元アメルコール（Amerchol））；ポリクォータニウム-11（ガフクェット 734；755n-供給元ISP）；ポリクォータニウム-16（ルビクェット FC370；FC550；FC905；HM-552 供給元 BASF）；PVP／メタクリル酸ジメチルアミノエチル（コポリマー 845；937；958-供給元ISP）；ビニルカプロラクタム／PVP／メタクリル酸ジメチルアミノエチルコポリマー（ガフィックス VC-713；H20LD EP-1

供給元ISP）；乳酸キトサン（Kytamer L-供給元アメルコール（アメルコール（Amerchol）））；キトサン PCA（Kytamer PC-供給元アメルコール（ア

メルコール (Amerchol) ) ) ; ポリクォータニウム 7 (Merquat 5 5 0 - 供給元カルゴン) ; ポリクォータニウム - 1 8 (ミラポール AZ1 供給元 ローヌ・プーラン) ; ポリクォータニウム - 2 4 (Quatrisoft ポリマー LM - 2 0 0 - 供給元 アメルコール (アメルコール (Amerchol) ) ) ; ポリクォータニウム - 2 8 (ガフクアット HS - 1 0 0 - 供給元 I S P) ; ポリクォータニウム - 4 6 (ルビクアットホルダー 供給元 B A S F) ; および キトサン グリコール (Hydagen C M F ; C M F P - 供給元 ヘンケル) ; ヒドロキシエチルセチルジモニウムホスフェート (ルビクアットモノ C P - 供給元 B A S F) ; および グアー ヒドロキシル プロピルトリモニウムクロライド (ジャガー C シリーズ - 1 3 S、- 1 4 S、- 1 7、1 6 2、- 2 0 0 0、Hi-CARE 1 0 0 0 - 供給元 ローヌ・プーラン) を包含する。

好ましいカチオンポリマーはポリクォータニウム - 4 ; ポリクォータニウム - 1 0 ; ポリクォータニウム - 1 1 ; ポリクォータニウム - 1 6 ; P V P / メタクリル酸ジメチルアミノエチル ; ビニルカプロラクタム / P V P / メタクリル酸ジメチルアミノエチルコポリマー ; 乳酸キトサン ; および キトサン P A C である。

#### 【 0 0 1 5 】

好適な両性ポリマーはオクチルアクリルミド / アクリレート / ブチルアミノエチルメタクリレートコポリマー (Amphomer 2 8 - 4 9 1 0、Amphomer LV - 7 1 2 8 - 4 9 7 1、ロボクリル - 4 7 2 8 - 4 9 4 7 - 供給元 ナショナルスターチ) 、およびメタクリロイルエチルベタイン / メタクリレートコポリマー (ダイアフォーマーシリーズ 供給元 三菱) を包含する。好ましいものはオクチルアクリルミド / アクリレート / ブチルアミノエチルメタクリレートコポリマーである。

比較的低位のアルコール系 (例えば、約 5 5 % 未満のアルコール) に特に好ましいポリマーは、部分的に双極性であり、広範囲の pH において常に正電荷を有するが、塩基性の pH でのみ負電荷を示す酸性基を含有する。従って、ポリマーは、より低い pH では正に荷電し、高い pH では、中性 (正及び負の両方を有する) である。双極性ポリマーは、当該技術では公知のセルロース誘導体、小麦誘導体、およびキチン誘導体から選択してよい。本明細書で有用な双極性ポリマーの非限定的な例には、ポリクォータニウム 4 7 (メルクアット 2 0 0 1、供給業者カルゴ

ン（アクリル酸の双極性コポリマー、メタクリルアミドプロピルトリメチルアンモニウムクロイド、およびメチルアクリレート）；カルボキシルブチルキトサン（キトラムNB／10-ランベルティにより開発され、パイロット・ケミカル・カンパニーによって発売された）；およびジカルボキシエチルキトサン（たとえば、CHITOLAM NB／101としてアメルコールから市販されている）（N-[(3'-ヒドロキシ-2', 3'-ジカルボキシ)エチル]-ベータ-D-(1, 4)-グルコサミン）が挙げられる。

### 【 0 0 1 6 】

有用なノニオン系ポリマーとしてはPVPまたはポリビニルピロリドン（PVP K-15、K-30、K-60、K-90、K-120-供給元ISP）（ルビスコールKシリーズ12、17、30、60、80、&90-供給元BASF）；PVP／VAコポリマー（PVP／VAシリーズS-630；735、635、535、335、235-供給元ISP）（ルビスコールVA）；PVP／DMAPAアクリレートコポリマー（StylezeCC-10-供給元ISP）；PVP／VA／プロピオン酸ビニルコポリマー（ルビスコールVAP 343E、VAP 343I、VAP 343PM-供給元BASF）；ヒドロキシルエチルセルロース（セロサイズHEC-供給元アメルコール（Amerchol））；およびヒドロキシルプロピルグアーゴム（ジャガーHPシリーズ8、-60、-105、-120-供給元ローヌ・プーラン）が挙げられる。

好ましいノニオン系ポリマーはPVPまたはポリビニルピロリドン；PVP／VAコポリマー；PVP／DMAPAアクリレートコポリマー；およびヒドロキシルプロピルグアーゴムである。

### 【 0 0 1 7 】

本明細書で使用に好適なアニオンポリマーには、VA／クロトネート／ビニルネオデカノネートコポリマー（Resyn 28-2930-供給元ナショナルスターチ）；PVM／MAのブチルエステル（Gantrez A-425；ES-425；ES-435-供給元ISP）；PVM／MAのエチルエステル（Gantrez ES-225；SP-215-供給元ISP）；アクリレート／アクリルアミドコポリマー（Luvimer 100P；Luvimer Low VOC、供給元BASF）；メタクリ

レートコポリマー（バランス0/55-供給元ナショナルスターチ）；ビニルアセテート/クロトン酸コポリマー（Luviset CA66-供給元BASF）；PVM/MAコポリマーのイソプロピルエステル（Gantrez ES-335-供給元ISP）；アクリレートコポリマー；メタクリレート/アクリレートコポリマー/アミン塩（ダイアホールドポリマー-供給元三菱）；2-ブテン二酸（Z）-モノエチルエステル、メトキシエテンを有するポリマー（Omnirez 2000）；VA/ブチルマレアート/イソボルニルアクリレート（アドバァンテージプラスターポリマー-供給元ISP）；アクリレートコポリマー（Amerhold DR-25-供給元アメルコール（Amerchol））；アクリレート/ヒドロキシエステルアクリレートコポリマー（Acudyne 255 供給元Rohm&Haas）；ビニルアセテート/クロトン酸/ビニルプロピオネートコポリマー（Luviset CAP-供給元BASF）；PVP/アクリレートコポリマー（ルビフレックスVBM35-供給元BASF）；ジグリコール/CHDM/イソフタレート/SIPコポリマー（イーストマンAQ48、AQ55-供給元イーストマンケミカルズ）；アクリレート/オクタクリルアミドコポリマー（Versatyl-42またはAmphomer HC-供給元ナショナルスターチ）；TBA/AAコポリマー（75/25-三菱化学）；アクリレートコポリマー（Aculyn33-供給元Rohm&Haas）；アクリレート/ステアレス-20メタクリレートコポリマー（Aculyn22-供給元Rohm&Haas）およびカルボマー（供給元B.F.Goodrich）が挙げられる。

好ましいアニオンポリマーはVA/クロトネート/ビニルネオデカノネートコポリマー；PVM/MAのブチルエステル；PVM/MAのエチルエステル；アクリレート/アクリルアミドコポリマー；メタクリレートコポリマー；およびビニルアセテート/クロトン酸コポリマーである。

#### 【 0 0 1 8 】

本明細書の組成物は、ヘアスタイリングポリマーのための可塑剤を含有してもよい。ヘアケア製品への使用、または毛髪又は皮膚への局所塗布に好適な任意の可塑剤を使用することができる。多種多様の可塑剤が本技術分野で公知である。1又はそれ以上の可塑剤を使用してよい。スタイリングポリマーを、特に以下に説明するような好ましいスタイリングポリマーを適切な濃度で含有するパーソナ

ルケア組成物に加えた場合、可塑剤は、組成物のこわばりやべとつきという欠点なしに、良好なスタイル保持及び毛髪的美観の改善に加えてスタイルを変える効果を提供することが見い出された。

本明細書の可塑剤という面で、「親水性」とは、少なくとも約 12.7 の溶解度パラメータ（即ち、20℃で 100%エタノールに少なくとも可溶性である）を持つ任意の化合物を示し、更に化合物は、最終組成物に完全に可溶性でなければならない。スタイルを変えるのが望ましい場合、可塑剤は一般にポリマー重量の約 0.01%～約 250%、好ましくは少なくとも約 100%、更に好ましくは少なくとも約 150%、及び最も好ましくは少なくとも約 200%の濃度で使用する。

#### 【 0 0 1 9 】

スタイルを変えるために可塑剤と組合せるのに好ましいポリマーは、少なくとも 1つのビニルピロリドンのモノマーを含むそのようなポリマーを包含する。具体的な例には、PVP、PVP/VACOPOLYMER及びポリクオターニウム 11が挙げられる。スタイルを変えるために可塑剤と組合せるのに好ましいポリマーはまた、少なくとも 1つのヒドロキシエチルセルロースのモノマーを含むようなポリマーも包含する。具体的な例にはポリクオターニウム 4及びポリクオターニウム 10が挙げられる。スタイルを変えるために可塑剤と組合せるのに好ましいポリマーは更に、少なくとも 1つのキチン部分を含むようなポリマーを包含する。具体的な例にはキトサン乳酸塩及びキトサン PCAが挙げられる。

本明細書で使用するのに好ましい可塑剤には、有機親水性化合物であるような可塑剤が挙げられる。好ましい可塑剤には更に湿潤剤であるような可塑剤が挙げられる。有機親水性化合物であり、且つ更に少なくとも 1つのヒドロキシル基を含む可塑剤も好ましい。具体的な例にはグリセリン、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、及びジエチレングリコールが挙げられる。

#### 【 0 0 2 0 】

##### オルガノポリシロキサン微粒子状エマルジョン

本発明の組成物は、好適なキャリア（典型的には水性）中で、通常は界面活性剤を使用して分散するポリシロキサン粒子を含むオルガノポリシロキサン微粒子

状エマルションを含有する。オルガノポリシロキサンは、アミノ基及びヒドロキシル基を両方を有するオルガノポリシロキサンを実質的に含まない、好ましくは本質的に含まない、更に好ましくは全く含まない。微粒子状エマルションは、好ましくは組成物が約0.01～約10%、更に好ましくは約0.05%～約6%、最も好ましくは約0.1%～約4%の分散したポリシロキサンを含有するような量で含まれている。

#### 【0021】

オルガノポリシロキサン微粒子状エマルションは、水から成る溶媒中で低重合度のオルガノシロキサンをエマルション重合により製造することができる。オルガノポリシロキサンは微粒子状エマルション中で界面活性剤、例えば、ノニオン系界面活性剤およびイオン界面活性剤によって安定化される。エマルション重合の後の（エマルション中におけるオルガノポリシロキサンに相当する）エマルションの平均粒子サイズは、約80ナノメートル（nm）未満、好ましくは約60nm未満、更に好ましくは約40nm未満である。微粒子状エマルションの粒子サイズは従来の方法、例えば、リーズ&ノースラップ・マイクロトラックUPA粒子測定器を使用して測定し得る。このような粒子サイズを有する微粒子状エマルションはより大きい粒子サイズのエマルションよりも安定し、外観も優れている。その上、エマルション重合後のポリシロキサンの重合度（DP）は好ましくは3～5,000、更に好ましくは10～3,000の範囲である。

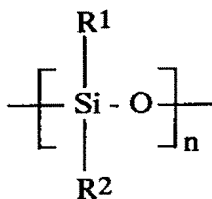
微粒子状エマルション中のオルガノポリシロキサンは25℃で、約20～3,000,000mm<sup>2</sup>/s（cs）、好ましくは300～300,000cs、更に好ましくは350～200,000csの粘度を有する直鎖または分枝鎖シロキサン液体である。

好適なオルガノポリシロキサンは、二官能性の繰り返しの「D」ユニットを含有してよく：

#### 【0022】

##### 【化1】





## 【 0 0 2 3 】

式中、n は 2 以上で R 1 および R 2 はそれぞれ独立して C 1 ～ C 7 アルキルまたはフェニルである。シロキサン混合物を使用してよい。シロキサンの例としては、ポリジメチルシロキサン、ポリジエチルシロキサン、ポリメチルエチルシロキサン、ポリメチルフェニルシロキサン、およびポリジフェニルシロキサンが挙げられる。ジメチルシロキサンの「D」ユニットを有するシロキサンポリマーは経済的な観点から好ましい。しかしながら、R 1 および R 2 はそれぞれ独立してメチル以外の官能基、例えば、カルボキシアルキル、ハロアルキル、アクリレート、アクリロキシ、アクリルアミド、ビニル、またはメルカプトアルキルであってもよい。

## 【 0 0 2 4 】

シロキサンの終端はヒドロキシ基、メトキシ、エトキシ、およびプロポキシのようなアルコキシ基、またはトリメチルシロキシ基、好ましくはヒドロキシ基またはトリメチルシロキシ基であってよい。

エマルションは参考として引用し本明細書に組み入れる欧州特許第 4 5 9 5 0 0 号（1992 年 12 月 4 日公開）に記載されるエマルション重合法により処理し得る。この方法で、環状シロキサン、ノニオン系界面活性剤、イオン界面活性剤、水、および縮合重合触媒を混合することにより、安定した、油分のないポリシロキサンエマルションおよびマイクロエマルションが調製される。混合物は、基本的にすべての環状シロキサンが反応し、安定した、油分のないエマルションまたは微粒子状エマルションが生成するまで重合反応温度に加熱し、攪拌する。所望のオルガノポリシロキサン粒子サイズを得るために、反応混合物、とりわけ界面活性剤の濃度、および条件を管理する。エマルションおよび微粒子状エマルションは典型的には pH 約 3 ～ 約 10（例えば、6 ～ 7.5）であって、約 10 ～

約 70 重量%、好ましくは約 25～約 60 重量%のシロキサンポリマー、約 0%～約 30 重量%のノニオン系界面活性剤、約 0%～約 30 重量%、好ましくは約 0%～約 20%のイオン界面活性剤を含有し、水中で安定する。好ましいエマルジョンおよびその製造方法は米国特許出願番号第 08/929,721 号（ロナルド P. ジー（Ronald P. Gee）、ジュディス M. ビンセント（Judith M. Vincent）、1997 年 9 月 15 日出願）に詳述されており、参考として引用し全て本明細書に組み入れる。

#### 【 0 0 2 5 】

微粒子状エマルジョンはさらに、欧州特許第 0268982 号（トレー（Tora y）、1988 年 6 月 6 日公開）に記載されるエマルジョンの重合方法によっても製造することができ、参考として引用し全て本明細書に組み入れる。この方法において微粒子状エマルジョンは、わずかな重合度を示すポリシロキサン、第 1 の界面活性剤（アニオン、カチオン、およびノニオン界面活性剤）、および水から成る粗エマルジョンを、触媒量の重合触媒および乳化剤として作用する第 2 の界面活性剤（第 1 の界面活性剤と同一であってもよいが、界面活性剤は反応混合物のイオン性を考慮して反応混合物と適合するべきである）を含有する水性溶液にゆっくりと滴下する方法によって製造される。反応混合物および条件を管理して所望の粒子サイズのオルガノポリシロキサンを提供する。従って、より小さな粒子サイズの微粒子状エマルジョンを製造するためには、粗エマルジョンを触媒および界面活性剤の水性溶液へ 30 分以上滴下することが好ましい。更に、触媒と界面活性剤を加えた水性溶液中に使用される界面活性剤の量は、粗エマルジョン中のポリシロキサン 100 重量%につき約 5～約 70 重量%、より好ましくは約 25～約 60 重量%である。

#### 【 0 0 2 6 】

通常のノニオン界面活性剤はいずれも微粒子状エマルジョンの調製に使用することができる。ノニオン界面活性剤の種類例として、シリコーンポリエーテル、枝状ブロックおよび直鎖状ブロックの両方、エトキシ化脂肪アルコール、エトキシ化アルコール、エトキシ化アルキルフェノール、イソラウレス-6（ $C_{12}H_{26}(OCH_2CH_2)_6OH$ ）の式を有するアルコールを含有する分枝鎖脂肪族 C

12のポリエチレングリコールエーテル)、脂肪酸アルカノールアミド、アミノオキシド、(例えば、SPANおよびTWEENという商品名でICIアメリカ、デラウェア州ウィルミントンから市販される)ソルビタン誘導体、および(例えば、プルロニック(PLURONIC)という商品名でBASF社(BASF、ニュージャージー州パーシッパニー)から市販される)プロピレンオキシド-エチレンオキシドブロックポリマーが挙げられる。微粒子状エマルジョンを製造する際に有用なイオン界面活性剤は、スルホン酸およびその塩誘導体のような任意の従来のアニオン界面活性剤を包含する。イオン性界面活性剤はさらにエマルジョン重合に使用される任意の従来のカチオン界面活性剤を包含する。これらの種類の界面活性剤は当業者に公知であり、多くの供給源より市販されている。これらの界面活性剤の種類の具体例は上記に引用した米国特許出願番号第08/929,721号にも開示されている。

界面活性剤は単一種類の界面活性剤(例えば、アニオン、カチオン、またはノニオン系)の形態で、または互いにおよび組成物の他の構成成分と適合する2種類以上の種類の組み合わせとして使用し得る。界面活性剤の種類の好ましい組み合わせの例として、2種類以上のアニオン界面活性剤の組み合わせ、2種類以上のノニオン界面活性剤の組み合わせ、2種類以上のカチオン界面活性剤の組み合わせ、アニオンおよびノニオン界面活性剤の両方から選択される2種類以上の界面活性剤の組み合わせ;ならびにカチオンおよびノニオン界面活性剤の両方から選択される2種類以上の界面活性剤の組み合わせが挙げられる。

#### 【0027】

エマルジョン重合に使用される触媒は、水の存在下で環状シロキサン重合に使用可能であり、シロキサン結合の切断に使用可能な縮合重合触媒を包含する任意の触媒でもよい。触媒の例として、強酸および強塩基、ドデシルベンゼンスルホン酸のようなイオン界面活性剤、相間移動触媒、およびその場で触媒が生成されるイオン交換樹脂が挙げられる。当業者には理解されるように、前記界面活性剤は重合触媒として作用させてもよい(例えば、アルキルベンゼンスルホン酸、または4級水酸化アンモニウムまたはその塩は界面活性剤および重合触媒のいずれとしても機能してもよい)。

本発明の組成物に使用するのに好適な界面活性剤系、触媒および結果としての微粒子状エマルションは、組成物のイオン性を考慮して当業者が選び得る。一般に、これらの材料は全体の組成物が適合するように選ばれる。

#### 【 0 0 2 8 】

シリコーン微粒子状エマルションは、本明細書で説明するようにシリコーンポリエーテルコポリオールを含有してもよい。別の方法としては、又はさらには、この組成物はシリコーンポリエーテルを含有してもよい。エマルションにすでに入っているシリコーンポリエーテルを含まない素材として微粒子状エマルションが供給される場合、このバッチ組成物を作製する前にエマルションにシリコーンポリエーテルを加えてもよい。ポリエーテルがシリコーン微粒子状エマルション中で分散できない場合、シリコーン微粒子状エマルションと混合する前に、好ましくはそれを 10 ～ 50 % の  $C_1 \sim C_3$  の一価アルコール、好ましくはエタノールを含有するおよそ等量の水と混合する。このプレミックスはその後に組成物の、好ましくはプレミックスされている他の成分に加える。

オルガノポリシロキサン微粒子状エマルションは多くの商業的供給源から市販される。

次のオルガノポリシロキサン微粒子状エマルションはダウ・コーニング社（ミネソタ州ミッドランド）によって製造される。

#### 【 0 0 2 9 】

#### 【 表 1 】

## ジメチコンコポリオールを含有する微粒子状エマルション:

| 微粒子状<br>エマルション<br>商品名 | Siの種類                                | 内相粘<br>度<br>(cps) | 界面活性剤  | Si粒<br>子サイ<br>ズ<br>(nm) |
|-----------------------|--------------------------------------|-------------------|--|-------------------------|
| DC2-5791              | ジメチルシロキサノー<br>ル、<br>ジメチルシクロシロキ<br>サン | 70-90M            | トリエタノールアミンドデシルベ<br>ンゼンスルホン酸、ポリエチレ<br>ンオキシドラウリルエーテル | <50                     |
| DC2-5791-<br>sp       | ジメチルシロキサノー<br>ル、<br>ジメチルシクロシロキ<br>サン | 70-90M            | トリエタノールアミンドデシルベ<br>ンゼンスルホン酸、ポリエチレ<br>ンオキシドラウリルエーテル | <40                     |
| DC2-5932              | ジメチルシロキサノー<br>ル、<br>ジメチルシクロシロキ<br>サン | 1-2M              | セトリモニウムクロライド、<br>Tridesceth-12                     | <30                     |

【 0 0 3 0 】

【 表 2 】

## ジメチコンコポリオールを含有しない微粒子状エマルション:

| 微粒子状<br>エマルション<br>商品名 | Siの種類  | 内相粘<br>度<br>(cps) | 界面活性剤                                      | Si粒<br>子<br>サイズ<br>(nm) |
|-----------------------|--|-------------------|--|-------------------------|
| DC2-1470              | ジメチルシロキサノール、<br>ジメチルシクロシロキサン                                 | 15-20M            | トリエタノールアミンドデシルベンゼンスルホン酸、ポリエチレンオキシドラウリルエーテル | <50                     |
| DC2-1845              | ジメチルシロキサノール、<br>ジメチルシクロシロキサン                                 | 4-8M              | トリエタノールアミンドデシルベンゼンスルホン酸、ポリエチレンオキシドラウリルエーテル | <40                     |
| DC2-1845-HV           | ジメチルシロキサノール、<br>ジメチルシクロシロキサン                                 | 60-70M            | トリエタノールアミンドデシルベンゼンスルホン酸、ポリエチレンオキシドラウリルエーテル | <35                     |
| DC2-1550              | ジメチルシロキサノール、<br>ジメチルシクロシロキサン                                 | 100-600M          | トリエタノールアミンドデシルベンゼンスルホン酸、ポリエチレンオキシドラウリルエーテル | ≤50                     |
| DC2-1281              | ジメチルシロキサノール、<br>ジメチルシクロシロキサン                                 | 1-2M              | セトリモニウムクロライド、<br>Tridesceth-12             | <30                     |
| DC2-8194              | ジメチル、アミノメチル<br>プロピルシロキサン                                     | 4-6M              | セトリモニウムクロライド、<br>Tridesceth-12             | ≤30                     |
| DC2-1716MEM           | メチルシルセキオキサ<br>ンとともにジメチルシロ<br>キサノール、オクタメ<br>チルシクロトトラシロ<br>キサン | 10-30M            | 塩化セトリモニウム、トリデセス<br>-12                     | 50-80                   |

## 【 0 0 3 1 】

組成物がアニオンアクリレートポリマーであるヘアスタイリングポリマーを含有する場合、DC2-1845及びDC2-5791が好ましい微粒子状エマルションである。ヘアスタイリングポリマーが窒素を含むカチオンポリマーである場合、DC2-8194、DC2-1281および／またはDC2-5932微粒子状エマルションが好ましい。

## 【 0 0 3 2 】

## 液状の親水性非ポリマーカチオン系化合物

本発明の組成物は、少なくとも1つの第四級アンモニウム部分を含有する液状の親水性非ポリマーカチオン系化合物を含む。そのようなカチオン系化合物は当該技術では公知である。本明細書で特定されるようなパーソナルケア組成物に加

えた場合、このようなカチオン系化合物は、健全な毛髪であるという消費者の認識と相関する、例えば、より黒い毛髪のような毛髪的美観の改善を提供することが見い出されている。

#### 【 0 0 3 3 】

本文において、「液状」とは、約20℃で液状であるような化合物を言う。本明細書で使用されるように、及びほかに特定されない限り、「親水性」とは、少なくとも約14の（即ち、20℃において88%エタノール／12%水の混合物に少なくとも可溶性である）溶解度パラメータを有する化合物を言い、更に、化合物は最終組成物に完全に可溶性であることが望ましい。組成物における液状の親水性非ポリマー第四級アンモニウム化合物の濃度は一般に約0.1%～約20%、好ましくは約0.1%～約10%、更に好ましくは約0.1%～約5%である。

#### 【 0 0 3 4 】

液状の親水性化合物は毛幹に対して損傷した毛髪外皮を放棄することによって美観の改善を提供すると考えられている。外皮を放棄するこの過程は、ケイ素が毛髪に光沢を提供できるようにする一方で毛髪の天然の色を更に正確に反映することができるような光の反射の角度を変えることであると考えられている。この化合物は、シリコーン微粒子状エマルジョンに界面活性剤システムを提供する目的のための界面活性剤ではない。

#### 【 0 0 3 5 】

好ましい液状の親水性非ポリマー化合物には、少なくとも1つの第四級アンモニウム部分及び少なくとも1つのグリコシル部分を含有するような化合物が挙げられる。具体的な例には、ラウレスメチルグルセス-10-ヒドロキシプロピル塩化ジモニウム（グルクエート100又はグルクエート125-供給元アメルコール（Amerchol））及びクオータニウム22（グルコアミドプロピルジメチル-2-ヒドロキシエチル塩化アンモニウム；セラフィル60-供給元ISP）が挙げられる。最も好ましい化合物は、クオータニウム22（グルコアミドプロピルジメチル-2-ヒドロキシエチル塩化アンモニウム；セラフィル60-供給元ISP）である。

## 【 0 0 3 6 】

好ましい液状の親水性非ポリマー化合物はまた、少なくとも1つの第四級アンモニウム部分及び少なくとも1つのアルキレンオキシド部分を含有するような化合物も挙げられる。具体的な例には、PPG-40塩化ジエチルモニウム（エムコールCC55-供給元Witco）；PEG-15塩化ココモニウム（バリクエートK1215-供給元Witco）；PEG-2塩化ココモニウム（バリクエートK638-供給元Witco）；PPG-9塩化ジエチルモニウム（エムコールCC9-供給元Witco）；及びPPG-40塩化ジエチルモニウム（エムコールCC42-供給元Witco）が挙げられる。

## 【 0 0 3 7 】

好ましい液状の親水性非ポリマー化合物には更に、少なくとも1つの第四級アンモニウム部分及び少なくとも1つのエチルサルフェート部分を含有するような化合物も挙げられる。具体例には、コアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート（シェルコクエートCAS）；ステアラミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート（シェルコクエートSAS-供給元スケア・ケミカルズ（Scher Chemicals））；イソステアルアミドプロピル；エチルジモニウムエトサルフェート（シェルコクエートIAS-供給元スケア・ケミカルズ）；イソステアリルエチルイミドニウムエトサルフェート（シェルコクエートIIS-供給元スケア・ケミカルズ）；クオータニウム61（シェルコクエートDAS-供給元スケア・ケミカルズ）；ソヤミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート（シェルコクエートSOAS-供給元スケア・ケミカルズ）；サフラワーアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート（シェルコクエートFOAS-供給元スケア・ケミカルズ）；ラペシードアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート（シェルコクエートROAS-供給元スケア・ケミカルズ）；アプリコットアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート（シェルコクエートAPAS-供給元スケア・ケミカルズ）；ウイトジャームアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート（シェルコクエートWOAS-供給元スケア・ケミカルズ）；及びカノールアミドプロピルエチルジモニウムエトサルフェート（シェルコクエートCOAS-供給元スケア・ケミカルズ）が挙げられる。



好ましい液状の親水性非ポリマー化合物には、少なくとも 1 つの第四級アンモニウム部分及び少なくとも 1 つの塩化エポキシプロピル部分を含有するような化合物が挙げられる。具体例にはクオータニウム 62 ( シェルコクエート I E P ) 及びラペシードアミドプロピルエポキシプロピル塩化ジモニウム ( シェルコクエート R O E P ) が挙げられる。

好ましい液状の親水性非ポリマー化合物には、少なくとも 1 つの第四級アンモニウム部分及び、ラウリルアセチル部分及びイソステアリルアセチル部分から成る群から選択されるエステル部分を含有するような化合物が挙げられる。具体的な例には、ジラウリルアセチル塩化ジモニウム ( シェルコクエート A L A - 供給元スケア・ケミカルズ ) 及びイソステアルアミドプロピルラウリルアセト塩化ジモニウム ( シェルコクエート I A L A - 供給元スケア・ケミカルズ ) が挙げられる。

好ましい液状の親水性非ポリマー化合物には、少なくとも 1 つの第四級アンモニウム部分及び少なくとも 1 つの塩化エトキシ部分を含有するような化合物が挙げられる。

具体的な例は、アルキル C 12 ~ C 18 のジメチルアンモニウム塩化エトキシである。

#### 【 0038 】

##### キャリア

発明の組成物は、ヘアスタイリングポリマー及びシリコーン微粒子状エマルションのためのキャリアも含む。好適なキャリアは、ヘアスタイリングポリマーが可溶性又は分散可能であり、好ましくは可溶性又は微粒子状の分散が可能であり、且つ微粒子状エマルションのオルガノポリシロキサンが分散可能であるようなものである。適切なキャリアを選択する場合にも特定の最終用途および意図する製品形態 (例えば、使用するヘアスタイリング剤ポリマー、および製品形態、例えば、ヘアスプレー、ムース、トニック、ローション、またはジェルのようなヘアスタイリング剤組成物用) によって決まる。キャリアは、好ましくは毛髪に適用するのに好適である。

#### 【 0039 】

キャリアは組成物の約 0.5 % ~ 約 99.5 %、好ましくは約 5 % ~ 約 99.5 %、最も好ましくは約 50 % ~ 約 95 % で存在する。

本発明の組成物は 1 又はそれ以上のヘアスタイリングポリマーに好適な溶媒を含む。好ましい溶媒系はその組成物に使用される重量比率においてヘアスタイリングポリマーとともに均一な溶液または分散液（好ましくは微粒子状分散液）を構成するものである。好ましい溶媒系はその組成物に使用される重量比率においてヘアスタイリングポリマーとともに実質的には透明から半透明の溶液または分散液（好ましくは微粒子状分散液）を構成するものである。

#### 【 0 0 4 0 】

好ましい溶媒は水；水溶性有機溶媒；水素結合パラメータがきわめて大きい乃至は中等度に大きい有機溶媒；およびその混合物；から成る群から選択される溶媒を包含し、その溶媒が  $C_1 \sim C_3$  一価アルコール、 $C_1 \sim C_3$  ケトン、および  $C_1 \sim C_3$  エーテル以外のものである。水は好ましい溶媒である。少なくとも約 3 % ~ 約 99 %、好ましくは少なくとも約 5 % ~ 約 98 % のこの型の溶媒が組成物で使用される。

#### 【 0 0 4 1 】

$C_1 \sim C_3$  の一価アルコール類、 $C_1 \sim C_3$  のケトン類及び  $C_1 \sim C_3$  のエーテル以外で模範となる水溶性有機溶媒には、プロピレングリコール、グリセリン、フェノキシエタノール、ジプロピレングリコール、糖、及びそれらの混合物が挙げられる。

$C_1 \sim C_3$  の一価アルコール類、 $C_1 \sim C_3$  のケトン及び  $C_1 \sim C_3$  のエーテル以外の水素結合パラメータが大きい乃至は中等度に大きい溶媒には、エステル、エーテル、ケトン、グリコールモノエーテル（中程度の H 結合）及びアルコール、アミン、酸、アミド、及びアルデヒド（強い H 結合）が挙げられる。この型の溶媒の説明と例示は、ポリマーハンドブック第二版ブランドラップおよびイメルガット（J. Brandrup and E.H. Immergut）編著、ジョン・ウイリー & サンズ、N.Y.、1975 年、セクション IV、337 - 348 ページ（表 2）に開示されている。この型の好ましい溶媒は、フタル酸ジブチル、炭酸プロピレン、プロピレングリシリコールモノメチルエーテル、メチルアセテート、メチルプロピオネート

、およびその混合物である。プロピレングリコールモノメチルエーテル、メチルアセテート、メチルプロピオネート、およびその混合物は好ましく；メチルアセテートが最も好ましい。

#### 【 0 0 4 2 】

本明細書で使用に好適なこの他の溶媒は、 $C_1 \sim C_3$  1 価アルコール類、 $C_1 \sim C_3$  ケトン、 $C_1 \sim C_3$  エーテル、およびその混合物から選択される水溶性、揮発性有機溶媒であり、1 価アルコール類が好ましい。この型のうち好ましい溶媒はメチラール、エタノール、*n*-プロパノール、イソプロパノール、アセトン、およびその混合物である。より好ましいのは、エタノール、*n*-プロパノール、イソプロパノール、およびその混合物である。組成物がそのような溶媒を約 40 % 以上含む場合、少なくとも約 5 % の水、水溶性有機溶媒及び／又は水素結合パラメータがきわめて乃至は中程度に強い有機溶媒を使用する。

#### 【 0 0 4 3 】

好ましい実施様態においては、キャリアは ( i ) 水；水溶性有機溶媒；水素結合パラメータがきわめて乃至は中等度に強い有機溶媒；およびその混合物から成る群から選択される溶媒であり； $C_1 \sim C_3$  1 価アルコール、 $C_1 \sim C_3$  ケトンおよび  $C_1 \sim C_3$  エーテル以外の溶媒；( i i )  $C_1 \sim C_3$  1 価アルコール類、 $C_1 \sim C_3$  ケトン、 $C_1 \sim C_3$  エーテル、およびその混合物から成る群から選択される溶媒；および ( i i i ) これらの混合物類；好ましくは一つのこれらの混合物を含む。特に好ましいのは、水および  $C_1 \sim C_3$  1 価アルコールの混合物、例えば、水-エタノールまたは水-イソプロパノール-エタノールの混合物である。もう 1 つのとりわけ好ましい溶媒系は任意に 1 つまたは複数の水または  $C_1 \sim C_3$  1 価アルコールをもつ 1 つまたは複数のプロピレングリコールモノメチルエーテル、メチルアセテート、およびメチルプロピオネート、好ましくはメチルアセテートを含む。

キャリアはその他の溶媒、例えば、(イソブタン、ヘキサン、デセン、アセトンのような) 炭化水素、(フレオンのような) ハロゲン化炭化水素、リナロール、揮発性ケイ素誘導体、特に(フェニルペンタメチルジシロキサン、メトキシプロピルヘプタメチルシクロテトラシロキサン、クロロプロピルペンタメチルジシ

ロキサン、ヒドロキシプロピルペンタメチルジシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサンのような) シロキサン、およびその混合物を包含してもよい。

#### 【 0 0 4 4 】

混和物中に使用される溶媒は互いに混和可能でも混和不可能でもよい。しかしながら、最終的な組成物においてはそのような溶媒は固体が沈殿しないように、互いにおよび組成物中の他の構成成分と適合性を示すべきである。

「揮発性有機化合物」または「V O C」組成物は少ないことが望ましい。この場合、「V O C」は 1 2 個未満の炭素原子を含有するか、または蒸気圧が約 0 . 1 mm水銀を越える有機化合物のことをいう。例えば、当初の適用時に組成物は総 V O C 含有率が（例えば、好ましいヘアスプレーでは）約 5 5 % 以下、（例えば、好ましいムースでは）約 1 6 % 以下、または（例えば、好ましいジェルでは）約 6 % 以下であってよい。V O C 量は実際の V O C 含量を基本としてもよいし、またはパッケージから最初に分取したときの V O C 量を基本としてもよい。

キャリアはまた、前記製品の形態に好適であると当該分野で公知であるような従来の構成成分を含んでもよい。

#### 【 0 0 4 5 】

##### 任意の成分

本組成物には、ヘアケア組成物、特にヘアスプレー剤組成物、ムース、ジェル、およびトニックのようなヘアセッティング剤組成物への使用に本技術分野で公知の任意の種類成分を包含して、人の毛髪への適用に好適な他の任意の成分を広範囲に含有することができる。通常、そのような他の補助剤は一括して組成物の約 0 . 0 5 重量%～約 2 0 重量%、好ましくは約 0 . 1 重量%～約 1 0 重量%、更に好ましくは約 0 . 0 5 重量%～5 重量%を含む。このような従来の任意の補助剤は当業者に熟知され、可塑剤、界面活性剤（アニオン、カチオン、両性イオン、またはノニオン系でもよい）、中和剤、噴射剤、ヘアコンディショニング剤（例えば、シリコーン液、脂肪酸エステル、脂肪アルコール、長鎖炭化水素、イソブテン、カチオン界面活性剤など）、皮膚軟化剤、さまざまなラノリン化合物のような潤滑剤および浸透剤、ビタミン、タンパク質、防腐剤、染料、毛髪用

染料、漂白剤、還元剤および他の着色剤、日焼け止め剤、増粘剤（例えば、キサンタンガムのようなポリマー増粘剤）、毛髪または皮膚を手入れするための生理活性化合物（例えば、ふけ止め剤、養毛剤）、および香料を包含するが、それらに限定しない。

任意成分の、ある種類の非除外的な例を下記に示す。

#### 【 0 0 4 6 】

##### 界面活性剤

ヘアスタイリング組成物は例えば、組成物中に存在してもよい疎水性成分を乳化するために1又はそれ以上の界面活性剤を含有することができる。界面活性剤はムース製品への使用が好ましい。一般に、そのような界面活性剤を使用する場合は全体の濃度で組成物の約0.01重量%～約10重量%、好ましくは約0.01重量%～約5重量%、およびより好ましくは約0.01重量%～約3重量%が使用される。アニオン界面活性剤、カチオン界面活性剤、両性界面活性剤、および双極性イオン界面活性剤を含めて、多種多様の界面活性剤を使用し得る。

#### 【 0 0 4 7 】

アニオン系界面活性剤には、例えば：アルキル及びアルケニルサルフェート；アルキル及びアルケニルエトキシ化サルフェート；（好ましくは1～10の平均エトキシ化度を有する）、アルキルスルホスクシナメート及びスルホコハク酸のジアルキルエステルのようなスクシナメート界面活性剤；イセチオン酸の中性脂肪酸エステル；及び例えばオレフィンスルホネート及びベータアルコキシアルカンスルホネートを含むアルキル及びアルケニルスルホネートが挙げられる。好ましいのは、例えば、ラウリルスルフェートおよびラウレス（3.0）スルフェートなどのエトキシ化度が1～約6、好ましくは1～約4のC<sub>12</sub>～C<sub>18</sub>スルフェートおよびエトキシ化サルフェートのナトリウムおよびアンモニウム塩のようなアルキルおよびアルケニルスルフェートならびにアルキルおよびアルケニルエトキシ化サルフェートが挙げられる。

#### 【 0 0 4 8 】

両性界面活性剤は、脂肪族2級アミンおよび脂肪族3級アミンの誘導体として広義に記載でき、脂肪族ラジカルが直鎖または分枝であり得るもので、その脂肪

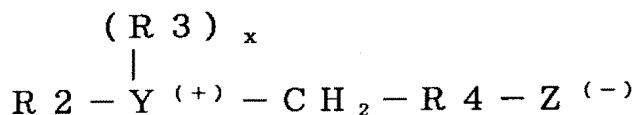
族置換基の 1 つが約 8 ～約 18 の炭素原子を含有し、かつ 1 つが例えばカルボキシ、スルホネート、スルフェート、ホスフェート、またはホスホネートのようアニオン水溶性基を含有するものが挙げられる。この定義の当てはまる化合物の例としては、3-ドデシルアミノプロピオン酸ナトリウム、米国特許第 2,658,072 号の教示に従ってドデシルアミンとイセチオン酸ナトリウムの反応によって生成するもののような N-アルキルタウリン類、米国特許第 2,438,091 号の教示にしたがって製造されるもののような N-高級アルキルアスパラギン酸、および「ミラノール」という商品名で販売される製品および米国特許 2,528,378 に記載される製品が挙げられる。その他としては、アルキル、好ましくは  $C_6 \sim C_{22}$ 、および最も好ましくは  $C_8 \sim C_{12}$ 、両性グリシン酸；アルキル、好ましくは  $C_6 \sim C_{22}$ 、および最も好ましくは  $C_8 \sim C_{12}$ 、両性プロピオン酸；およびその混合物が挙げられる。

## 【 0 0 4 9 】

本発明の組成物の使用に好適な双極性界面活性剤は脂肪族 4 級アンモニウム、ホスホニウム、およびスルホニウム化合物の誘導体として広義に記載でき、その脂肪族基が直鎖または分枝であり得るもので、その脂肪族置換基の 1 つが約 8 ～約 18 の炭素原子を含有し、かつ 1 つが例えばカルボキシ、スルホネート、スルフェート、ホスフェート、またはホスホネートのようアニオン水溶性基を含有するものが挙げられる。これらの化合物に関する一般式は以下の通りである：

## 【 0 0 5 0 】

## 【 化 2 】



## 【 0 0 5 1 】

式中、R2 は炭素原子数約 8 ～18 のアルキル、アルケニル、またはヒドロキシアルキル基、炭素原子数 0 ～約 10 のエチレンオキシド部分、および炭素原子数 0 ～1 のグリセリル部分を含有し；Y は窒素、リン、および硫黄の原子からな

る群より選択され；R 3 は炭素原子 1 ～約 3 を含有するアルキルまたはモノヒドロキシアルキル基であり；x は Y が硫黄原子またはリン原子のとき 1、Y が窒素原子のときに 1 または 2 であり；R 4 は炭素原子数 1 ～約 4 のアルキレンまたはヒドロキシアルキレンであり、Z はカルボキシレート、スルホネート、スルフェート、ホスホネート、およびホスフェート基からなる群より選択される基である。双極性イオンの類にはアルキルアミノスルホネート、アルキルペタイン、およびアルキルアミドペタインを包含する。

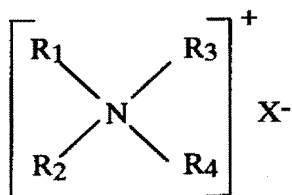
### 【 0 0 5 2 】

本発明の組成物で有用なカチオン界面活性剤は、本発明の水性組成物に溶解した場合に正に荷電されるアミノまたは 4 級アンモニウム親水性部分を含有する。本明細書において有用なものの中で、カチオン系界面活性剤は以下の文献に開示されており、これらは全て参考として本発明に組み入れる：マックカッチェオン (McCutcheon's)、デタージェンツ・エンド・エマルジファイアーズ (Detergents & Emulsifier)、(北アメリカ版 1979 年) M.C. パブリッシング・カンパニー (M.C. Publishing Co.) より出版；シュワルツ (Schwartz) ら、界面活性剤、それらの化学および技術、1949 年、ニューヨーク：インターサイエンス・パブリッシャーズ (Interscience Publishers) より出版；1964 年 1 月 3 日にヒルファー (Hilfer) に対して発行された米国特許第 3, 155, 591 号；1975 年 12 月 30 日にラフリン (Laughlin) らに対して発行された米国特許第 3, 929, 678 号、；1976 年 5 月 25 日にベイリー (Bailey) らに対して発行された米国特許第 3, 959, 461 号；及び 1983 年 6 月 7 日にボーリッヒ (Bolich) Jr. に対して発行された米国特許第 4, 387, 090 号。

第 4 級アンモニウム基を含むカチオン系系界面活性剤の中で、本明細書において有用なものは以下の一般式で表される：

### 【 0 0 5 3 】

#### 【 化 3 】



## 【 0 0 5 4 】

式中、R 1 は炭素原子数 1 ～ 22 の脂肪族基、または炭素原子数 12 ～ 22 の芳香族、アリール、またはアルキルアリール基であり；R 2 は炭素原子数 1 ～ 22 を有する脂肪族基であり；R 3 および R 4 はそれぞれ、炭素原子数 1 ～ 3 のアルキル基、ならびに x はハロゲン、アセテート、ホスフェート、ニトレート、およびアルキルスルフェート基から選択されるアニオンである。脂肪族基は、炭素原子および水素原子に加えて、エーテル結合、およびアミド基のような他の基を含有してもよい。本明細書で有用な他の 4 級アンモニウム塩は 2 つの 4 級アンモニウム塩である。

## 【 0 0 5 5 】

1 級脂肪アミン、2 級脂肪アミン、および 3 級脂肪アミンの塩もまた本明細書での使用に好適なカチオン界面活性剤である。そのようなアミンのアルキル基は、好ましくは 12 ～ 22 の炭素原子を有し、置換されても置換されなくてもよい。2 級アミンまたは 3 級アミンが好ましく、特に 3 級アミンが好ましい。本明細書で有用なそのようなアミンとしては、ステアロアミドプロピルジメチルアミン、ジェチルアミノエチルステアロアミド、ジメチルステアロアミン、ジメチル大豆アミン、大豆アミン、ミリスチルアミン、トリデシルアミン、エチルステアリルアミン、N-タロープロパンジアミン、エトキシ化（5 モル E. O.）ステアリルアミン、ジヒドロキシエチルステアリルアミン、およびアラキシルベヘニルアミンが挙げられる。それらの中に含まれる本発明に有用なカチオンアミン界面活性剤は米国特許第 4, 275, 055 号（ナハティガル（Nachtigal）ら、1981 年 6 月 23 日発行）に開示されている（参考として引用し本明細書に組み入れる）。

好適なカチオン界面活性剤の塩として、ハロゲン、アセテート、ホスフェート



、ニトレート、シトレート、ラクテート、およびアルキルサルフェートの塩が挙げられる。

#### 【 0 0 5 6 】

ノニオン界面活性剤としては、アルキルフェノール（好ましくはエトキシ化度約1～約6の $C_8 \sim C_{12}$ アルキル）のポリエチレンオキシド縮合物、エチレンオキシドとプロピレンオキシドおよびエチレンジアミンとの反応生成物との縮合生成物、脂肪族アルコールとエチレンオキシドとの縮合生成物、長鎖（すなわち、典型的には $C_{12} \sim C_{22}$ ）3級アミノオキシド、長鎖3級ホスフィンオキシド、1つの長鎖アルキルまたはヒドロキシアルキル基および1つの短鎖（好ましくは $C_1 \sim C_3$ ）基を含有するジアルキルスルホキシド、シリコンコポリオール、および $C_8 \sim C_{22}$ アシル部分を有する酸の $C_1 \sim C_4$ アルカノールアミドが挙げられる。好ましいノニオン界面活性剤は、 $C_8 \sim C_{22}$ のアシル部分を持つ酸の $C_1 \sim C_4$ のアルカノールアミド、ポリオキシエチレングリコールステアリルエーテル、およびその混合物である。好ましい具体例には、ラウロアミドDEA、ステアレスー21、ステアレスー2、およびココイルイセチオン酸ナトリウムが挙げられる。

本明細書での使用に好適なさらなる界面活性剤として微粒子状エマルションに関して記述されたものを含有する。

#### 【 0 0 5 7 】

##### 中和剤

カルボキシル基のような酸性官能基を有するヘアスタイリングポリマーは、好ましくは、ポリマーの溶解性／分散性を促進するために少なくとも部分的に中和された形状のものにおいて用いられる。そのうえ中和された形態で使用するにより、乾燥したヘアスタイリング剤組成物がシャンプーによって毛髪から除去される力を補助する。中和度により湿度抵抗性に対するシャンプーによる除去性のバランスをとらなければならない。中和度がシャンプーによる除去性に必要な程度を超過すると、湿度が高いとヘアスタイルを保持できないであろう過度の粘着性を示す生成物となる。入手可能な酸性のモノマーを中和するとき、（ポリマーの総重量に対し）約5%～60%、更に好ましくは約10%～約40%、およ

び一層更に好ましくは約12%～約30%を中和する。具体的なポリマーの最適な中和度は選択されたモノマーの極性、モノマーの互いに対する具体的な比率、および酸性のモノマーのパーセンテージによって決まる。ポリマーの具体的な%中和率を達成するための、ポリマーの酸基を中和するために必要な塩基度は、次の式から計算してもよい：

# 【 0 0 5 8 】

$$\text{組成物中の\%塩基} = A \times (B / 100) \times (C / D)$$

A = 組成物中の%ポリマー

B = 中和されるべきポリマーの% (酸基が得られると仮定して)

C = 塩基の分子量

D = 酸モノマーの分子量

# 【 0 0 5 9 】

従来使用されている有機または無機（金属または他の）のいずれの塩基も、ポリマーの中和のために使用し得る。金属塩基はとりわけ本発明の組成物に有用である。カチオンがアンモニウム、アルカリ金属、またはアルカリ土類金属であるとき、水酸化物は本発明の組成物への使用に好適な中和剤である。本発明の組成物に使用するために好ましい無機の中和剤は水酸化カリウムおよび水酸化ナトリウムである。本発明のヘアスタイリング剤組成物に含有されてもよい他の好適な中和剤の例として、アミン、特に2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール（AMPD）、2-アミノ-2-エチル-1,3-プロパンジオール（AEPD）、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール（AMP）、2-アミノ-1-ブタノール（AB）、モノエタノールアミン（MEA）、ジエタノールアミン（DEA）、トリエタノールアミン（TEA）、モノイソプロパノールアミン（MIPA）、ジイソプロパノールアミン（DIPA）、トリイソプロパノールアミン（TIPA）、ジメチルラウリルアミン（DML）、ジメチルミリスチルアミン（DMM）およびジメチルステアロアミン（DMS）のようなアミノアルコールが挙げられる。

たとえば、アミノ基のような塩基性官能基を有するポリマーは、好ましくはたとえば、塩酸のような酸で部分的に中和される。

中和は当該技術に公知の技術によって、ヘアスタイリングポリマーを含むモノマーの重合前または後に遂行することができる。

#### 【 0 0 6 0 】

##### ヘアコンディショニングポリマー

本発明の組成物は濡れた毛髪の櫛通りの改善、乾燥した毛髪の櫛どおりの改善、および／または扱いやすさの改善（例えば、ちぢれ毛または静電気のコントロール）を目的としてヘアコンディショニングポリマーを包含してもよい。ヘアコンディショニングポリマーは典型的には、組成物の約0.001%～約6%、更に好ましくは約0.01～約5%の濃度で使用する。

カチオン性および双極性イオン性のヘアコンディショニングポリマーは好ましい。好適なヘアコンディショニングポリマーは約5,000～約10,000,000の重量平均分子量を有するカチオン性ポリマーを包含し、一般に4級アンモニウムまたはカチオン性アミノ部分、およびその混合物のようなカチオン性窒素含有部分を有する。カチオンの電荷密度は少なくとも約0.1meq/g、好ましくは約3.0meq/g未満であるべきで、公知のケルダール法に従って測定し得る。当業者はアミノ含有ポリマーの電荷密度はアミノ基のpHおよび等電点によって変化し得ることを認識している。電荷密度は用途のpHで上述の限度内であるべきである。いずれのアニオンの対イオンもそれらが適合性がある限り、カチオンポリマーに対して使用し得る。

#### 【 0 0 6 1 】

カチオン性窒素含有部分はカチオン系ヘアコンディショニングポリマーの全モノマー単位の画分に置換基として通常存在する。したがって、カチオン性ポリマーは4級アンモニウムのコポリマー、ターポリマーなど、または本明細書ではスパーサーモノマーユニットと呼ばれるカチオン性アミン置換モノマーユニット及び他の非カチオンユニットを含み得る。このようなポリマーは当業者に公知であり、その種類がインターナショナル・コスメティック・イングリーディエント・ディクショナリ（International Cosmetic Ingredient Dictionary）（6版、1995年）に見出され、参考として引用しすべてを本明細書に組み入れる。

好適なカチオン系ポリマーの例として例えば、アクリルアミド、メタクリルア

ミド、アルキルアクリルアミドおよびジアルキルアクリルアミド、アルキルメタクリルアミドおよびジアルキルメタクリルアミド、アルキルアクリレート、アルキルメタクリレート、ビニルカプロラクトン、ならびにビニルピロリドンのような水溶性スパーサーモノマーとともに、カチオン系アミンまたは4級アンモニウムの官能性を有するビニルモノマーのコポリマーが挙げられる。アルキル置換モノマー及びジアルキル置換モノマーは、好ましくは $C_1 \sim C_7$ アルキル基、より好ましくは $C_1 \sim C_3$ アルキル基を有する。その他の好適なスパーサーモノマーにはビニルエステル、(ポリビニルアセテートの加水分解によって製造する) ビニルアルコール、無水マレイン酸、プロピレングリコール、およびエチレングリコールを包含する。カチオンポリマーは米国特許第4, 733, 677号に詳述されており、コンディショニングの目的で使用されるカチオンポリマーについてさらに記載するために本明細書に参考として引用して組み入れる。

#### 【 0 0 6 2 】

カチオンアミンは組成物の種類の特殊性およびpHによって1級アミン、2級アミン、または3級アミンであり得る。通常は2級アミン及び3級アミンが好ましく、特に3級アミンが好ましい。カチオンポリマーはアミン置換モノマーおよび/または4級アンモニウム置換モノマーおよび/または適合性を示すスパーサーモノマーから誘導されたモノマーユニットの混合物を含む。

使用し得るその他のカチオンポリマーにはカチオンセルロース誘導体、カチオンデンプン誘導体、およびカチオングアーゴム誘導体のような多糖類ポリマーを包含する。その他の材料には米国特許第3, 962, 418号に記載されるような4級窒素含有セルロースエーテル、および米国特許第3, 958, 581号に記載されるようなエーテル化セルロースおよびデンプンのコポリマーを包含し、それらの記載は参考として引用し本明細書に組み入れる。

組成物が中和したアニオンヘアスタイリングポリマーおよび双極性イオンヘアコンディショニングポリマーを含む場合、双極性イオンのpHは好ましくはそれらの配合に先立って中和されたヘアスタイリングポリマーのpHに調整しておく。中和は本技術分野で公知のようなpH調整剤を用い、従来の方法によって達成してもよい。

## 【 0 0 6 3 】

噴射剤

たとえば、ヘアスタイリング組成物を加圧したエアゾール容器から分取すべき場合（たとえば、ある種のヘアスプレーおよびムース）、組成物を噴出するために 1 又はそれ以上の従来から知られているエアゾール高圧ガスから成る噴霧剤を用いることができる。使用に好適な噴射剤は通常エアゾール容器に使用する任意のガスであり得るが、好ましくは液化ガスである。使用に好適な噴射剤は揮発性炭化水素噴射剤であり、プロパン、ブタン、およびイソブタンのような 3 ～ 4 の炭素原子を有する液化低級炭化水素を包含しうる。その他の好適な噴射剤は Dymel 152A としてデュポンより供給される 1, 2-ジフルオロエタン（ヒドロフルオロカーボン 152A）のようなヒドロフルオロカーボンである。噴射剤のその他の例は、ジメチルエーテル、窒素、二酸化炭素、亜酸化窒素、および大気ガスである。ヘアスプレーおよびムースには、所望のスプレー／フォームの品質を与える安定したシステムを提供するために適切な炭化水素を選択する。

## 【 0 0 6 4 】

エアゾール噴射剤を本ヘアスタイリング組成物に混合してもよく、混合する噴射剤の量はエアゾール技術において公知の標準の因子により決定する。通常は、液化噴射剤の場合は、噴射剤の濃度は組成物の総重量の約 1 % ～ 約 60 % である。ヘアスプレーの場合は、噴射剤の濃度は組成物の総重量の約 10 % ～ 約 60 %、好ましくは組成物の総重量の約 15 % ～ 約 50 % である。ムースについては、噴霧剤のレベルは一般に、組成物全体の重量の約 1 % ～ 約 30 %、更に好ましくは約 4 % ～ 約 15 % である。

## 【 0 0 6 5 】

あるいは、商品名 SEPRO としてアメリカン・ナショナル・カン社 (American National Can Corp) より販売される種類の 2 つに仕切られた缶のような、噴射剤がヘアスタイリング剤組成物と接触しないように分離された加圧エアゾールディスペンサーを使用し得る。

その他の好適なエアゾールディスペンサーは、使用に先立ちポンプまたは同等の装置によりディスペンサーに充たし得る圧縮された空気の噴射剤によって特徴

づけられるものである。このようなディスペンサーは米国特許第4, 077, 441号(オロフソン(Olofsson)、1978年3月7日発行)および米国特許第4, 850, 577号(ターステージ(TerStage)、1989年7月25日発行)に記載され、両方とも参考として引用し本明細書に組み入れ、米国特許出願番号第07/839, 648号(ゴセリン(Gosselin)ら、1992年2月21日出願)もまた参考として引用し本明細書に組み入れる。本明細書で使用するのに好適な圧縮空気のエアゾール容器はまた、プロクター&ギャンブル社によって商標VIDAL SASSOON AIRSPRAY(登録商標)のヘアスプレーとして先に市販されたエアゾール容器である。

さらに、非エアゾールの泡も最終組成物が安定した泡として分取されるように本ヘアスタイリング組成物とともに混合してもよい。米国特許第5, 271, 530号;第5, 337, 929号;及び5, 443, 569号に記載されているF2非エアゾール型発泡器;参考としてすべて本明細書に組み入れられているようなもので、加圧された、又は空気またはガスを混合する装置のようなものを備えた包装容器又は容器から分配され、泡を作るとき、組成物は、「安定した泡として分散可能」である。

#### 【 0 0 6 6 】

##### シリコーンポリエーテル界面活性剤

本発明の組成物はオルガノシロキサン微粒子状エマルジョンを安定させるために好適なシリコーンポリエーテルを含有してもよい。シリコーンポリエーテルは特に、相対的に高級アルコール組成物(例えば、少なくとも約40%一価アルコール)について好まれる。シリコーンポリエーテルはオルガノシロキサンユニットの繰返しを含む重合部分、およびアルキレンオキシドユニットの繰返しを含む重合部分(すなわち、シリコーンポリオキシアルキレンコポリマー)を含有する。好適なシリコーンポリエーテルは、本発明の組成物に採用されるキャリア中で表面活性を示す。本技術分野では理解されるように、シリコーンポリエーテルの表面活性はオルガノシロキサンユニットの繰返しから成る重合部分の分子量によって決まる。この部分はキャリア中で不溶性であるように十分大きな分子量であるべきであるが、全分子をキャリア中で不溶性にするほどは大きくない分

子量であるべきである。使用の際は、シリコーンポリエーテルは微粒子状エマルジョンを安定化させるのに有効な量で、好ましくは組成物の全体量の約0.02%～約7%、更に好ましくは約0.05%～約5%を使用する。

シリコーンポリエーテルは（重合の主鎖がシリコーンブロックおよびポリオキシアルキレンブロックを含み、任意に分枝を有する）シリコーン直鎖状ポリオキシアルキレンブロックコポリマー、（重合の主鎖はシリコーンブロックを含み、ポリオキシアルキレンブロック主鎖にというよりは分枝として存在する）シリコーングラフトポリオキシアルキレンコポリマー、またはその混合物であってよい。直鎖状コポリマーが好ましい。

特に、相対的に高級アルコール組成物（例えば、少なくとも約40%一価アルコール）について好ましいシリコーン直鎖状ブロックポリエーテルは式（I）を有するものを包含する：

# 【 0 0 6 7 】



式中、

$M'$  は一官能性ユニット  $R_2R'SiO_{1/2}$  ；

$D$  は二官能性ユニット  $R_2SiO_{2/2}$  ；

$D'$  は二官能性のユニット  $RR'SiO_{2/2}$  ；

$R$  はそれぞれ独立して  $H$ 、 $C_1 \sim C_6$  アルキル、またはアリール、好ましくは  $H$  または  $C_1 \sim C_4$  アルキル、より好ましくは  $CH_3$  ；

$R'$  はそれぞれ独立して、オキシアルキレン含有部分、 $H$ 、または  $CH_3$  ；

$b$  は約10～約1000の整数、好ましくは約10～約500、より好ましくは約20～約200；および

$c$  は0～約100の整数、好ましくは0～約50、より好ましくは  $c$  は0であり、但し  $c$  が0のときは、少なくとも1つの  $M'$  はオキシアルキレン部分を含有する。

# 【 0 0 6 8 】

構造（I）において好ましい  $R'$  は式：



を有し、式中、 $R''$  は  $R'$  部位のオキシアルキレン部分をシロキサン主鎖に結合する2価の基で、好ましくは  $-(C_nH_{2n})-$  であり、式中  $m$  は2～8の整数、好ましくは2～6、更に好ましくは3～6であり；

$R'''$  は、例えばH、ヒドロキシル、 $C_1 \sim C_6$  のアルキル、アリアル、アルコキシ（例えば、 $C_1 \sim C_6$ ）又はアシロキシ（例えば、 $C_1 \sim C_6$ ）、好ましくはヒドロキシルのような  $R'$  部分のオキシアルキレン部位の末端の基であり；

$n$  は2～4の整数であり、好ましくは2～3（すなわち、オキシアルキレン基はエチレンオキシド、プロピレンオキシドおよび／またはブチレンオキシド単位を含有してよい）；および

$y$  は1以上であり、コポリマーのすべてのオキシアルキレン単位に対する総数  $y$  は10以上である。

#### 【 0 0 6 9 】

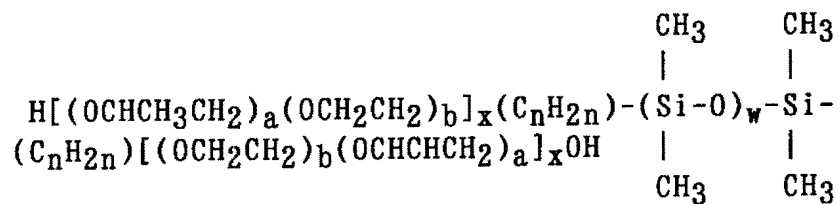
$R'$  のオキシアルキレン部分は、ランダムコポリマー、ブロックコポリマー、又はそれらの混合物であってもよい。構造 (I) において好ましい  $R'$  基はオキシアルキレンユニットがエチレンオキシドユニット (EO)、プロピレンオキシドユニット (PO)、およびその混合物から選択されたものである。より好ましいのは、シリコーンポリエーテル中の総オキシアルキレンに基づいて、オキシアルキレンユニットのエチレンオキシドユニット (EO) 対プロピレンオキシドユニット (PO) 比が、 $EO_{1.0 \sim 1.00} PO_{0 \sim 1.00}$ 、より好ましくは  $EO_{2.0 \sim 7.0} PO_{2.0 \sim 7.0}$ 、最も好ましくは  $EO_{3.0 \sim 7.0} PO_{3.0 \sim 7.0}$  であるものである。

特に、相対的に高級アルコール組成物（例えば、少なくとも約40％一価アルコール）について好ましいシリコーンポリエーテルは以下の式を有するものである：

#### 【 0 0 7 0 】

#### 【 化 4 】





## 【 0 0 7 1 】

式中  $n$  は上で定めたとおりであり、 $x$  は独立に 1 以上の整数であり、 $a$  および  $b$  は独立に約 15 ～約 30 の整数であり、 $w$  は、約 20 ～約 200、好ましくは約 30 ～約 200 の整数である。そのようなシリコーンポリエーテルは、TEG OPREN 5830 の商品名でゴールドシュミット・ケミカル・カンパニーから市販されている。

本明細書における使用に好ましいシリコーングラフトポリエーテルは、式 ( I ) :

## 【 0 0 7 2 】

$\text{MD}_b\text{D}'_c\text{M}$

を有し、式中、

$\text{M}$  は一官能単位  $\text{R}_3\text{SiO}_{1/2}$ 、

$\text{D}$  は二官能単位  $\text{R}_2\text{SiO}_{2/2}$ 、

$\text{D}'$  は二官能単位  $\text{RR}'\text{SiO}_{2/2}$ 、

$\text{R}$  はそれぞれ独立して、 $\text{H}$ 、 $\text{C}_1-\text{C}_6$  アルキル、またはアリール、好ましくは  $\text{H}$  または  $\text{C}_1-\text{C}_4$  アルキル、より好ましくは  $\text{CH}_3$  であり、

$\text{R}'$  はオキシアルキレン含有部分であり、

$b$  は約 10 ～約 1000 の整数、好ましくは約 100 ～約 500 であり

$c$  は 1 ～約 100 の整数、好ましくは 1 ～約 50 である。

好ましい  $\text{R}'$  は式：



を有し、式中、 $\text{R}''$  は  $\text{R}'$  部位のオキシアルキレン部分をシロキサン主鎖に結合する 2 価の基で、好ましくは  $-(\text{C}_m\text{H}_{2m})-$  であり、式中  $m$  は 2 ～ 8 の整数、好ましくは 2 ～ 6、より好ましくは 3 ～ 6 であり；

R'''は、例えばH、ヒドロキシル、 $C_1 \sim C_6$ のアルキル、アリール、アルコキシ（例えば、 $C_1 \sim C_6$ ）又はアシロキシ（例えば、 $C_1 \sim C_6$ ）、好ましくはヒドロキシ、アクリロキシ、更に好ましくはヒドロキシルのようなR'部分のオキシアルキレン部位の末端の基であり；

nは2～4の整数であり、好ましくは2～3（すなわち、オキシアルキレン基はエチレンオキシド、プロピレンオキシドおよび／またはブチレンオキシド単位を含有してよい）；および

yは1以上である。

### 【 0 0 7 3 】

R'のオキシアルキレン部分は、ランダムコポリマー、ブロックコポリマー、又はそれらの混合物であってもよい。好ましいR'基はオキシアルキレンユニットがエチレンオキシドユニット（EO）、プロピレンオキシドユニット（PO）、およびその混合物から選択されたものである。より好ましいのはシリコーンポリエーテル中の総オキシアルキレンに基づいて、オキシアルキレンユニットのエチレンオキシドユニット（EO）対プロピレンオキシドユニット（PO）比が、 $EO_{10 \sim 100} PO_{0 \sim 100}$ 、より好ましくは $EO_{10 \sim 30} PO_{1 \sim 30}$ である。

この点に関して、表1に代表的なシリコーングラフトポリエーテルを示す：

### 【 0 0 7 4 】

【 表 3 】

表 1

| シリコーン<br>ポリエーテル<br>* | 構造    | EOの重量% | POの重量% | HLB** |
|----------------------|-------|--------|--------|-------|
| A                    | EO    | 19     | 0      | 6.8   |
| B                    | EO    | 40     | 0      | 8.0   |
| C                    | EO/PO | 34     | 0.4    | 6.8   |
| D                    | EO/PO | 41     | 12     | 8.2   |
| E                    | EO/PO | 34     | 39     | 5.0   |
| F                    | EO/PO | 32     | 42     | 6.4   |
| G                    | EO/PO | 30     | 40     | 5.7   |

### 【 0 0 7 5 】

\* シリコーンポリエーテル A および B は 20 未満の D ユニットおよび 5 未満の D' ユニットを含有する。シリコーンポリエーテル C - G は 100 ~ 200 の D ユニットおよび 10 ~ 30 の D' ユニットを含有する。

\*\* 親水性親油性バランス (HLB) は EO の重量パーセントを計算しこの値を 5 で割ることによって決定する。

#### 【 0 0 7 6 】

この種類のシリコーンポリエーテルは上記に引用した特許出願番号第 08 / 929, 721 号にさらに詳述される。

シロキサンオキシアルキレンコポリマー、すなわち、シリコーンポリエーテルは、ウォルター・ノール (Walter Noll) による「シリコーンの化学と技術」(フロリダ、オーランド、アカデミック・プレス社、1968 年)(373-376 ページ)と題するシリコーン化学の標準テキストに一般的に記載されている方法に従って調製することができる。シリコーンポリエーテルは以下のような数多くの会社から市販されている:

#### 【 0 0 7 7 】

【表 4】

| 商品名                          | 供給元                         | シリコーン<br>含量% | EO および/<br>または PO | 分子量               |
|------------------------------|-----------------------------|--------------|-------------------|-------------------|
| D.C.Q2-5220                  | ダウ・コーニング <sup>1</sup>       | 14           | EO & PO           | 3102              |
| D.C.193                      | "                           | 33           | EO                | -                 |
| D.C.190                      | "                           | 24           | EO & PO           | 2570              |
| D.C.Q4-3667                  | "                           | 37           | EO                | 2400              |
| Silwet L-7200                | OSI <sup>2</sup>            | 31           | EO & PO           | 19,000            |
| Tegopren 5830/<br>Abil B8830 | ゴールドシュミット A.G. <sup>3</sup> | 55           | 40%EO/60%PO       | 7800              |
| Tegopren 5830-A              | "                           | 50           | 30%EO/70%PO       | 9000              |
| Tegopren 5830-B              | "                           | 50           | 60%EO/40%PO       | 9000              |
| Abil B8851                   | "                           | -            | EO & PO           | >1400             |
| Abil B8863                   | "                           | -            | EO & PO           | >3000             |
| Abil EM97 neat               | "                           | 75           | 60%EO/40%PO       | 14,000-<br>15,000 |

#### 【 0 0 7 8 】

1 ミシガン州ミッドランドのダウ・コーニング

2 イリノイ州ライルのOSIスペシャルティーズ

3 バージニア州ホープウェル

【 0 0 7 9 】

そのほかのシリコーンポリエーテルは、NYのウォーターフォードのゼネラル・エレクトリックが提供しているSF-1188として、およびシンエツシリコーン・オブ・アメリカ・トランス、Caが提供しているKF353Aとして入手することができる。他のシリコーンポリエーテルは、米国特許第4,871,529号に記載されており、本明細書中で参考として組み入れる。

【 0 0 8 0 】

その他の任意成分

本発明の組成物は前記製品形態に通常使用されるような、その他のさまざまな成分を含有してもよい。この組成物は例えば、ヘアスプレー、ムース、ジェル、ローション、クリーム、ポマード、吹付け用ジェルのような吹付け用製品、防熱スプレー、ボリューム仕上げ用スプレー、振掛け剤、ヘアトニックなどの形状であってもよい。組成物はエアゾールまたは非エアゾールでもよい。記載されたような組成物は、例えばカリフォルニア規則 (California Code of Regulations)、消費財の揮発性有機化合物放出規則、改正2 (Regulation for Reducing Volatile Organic Compound Emissions from Consumer Products, Amendment 2、Consumer Products, Sections 94507-94717、Title 17、1991年9月19日申請、1991年10月21日実施) ; およびジェリネック (Jellinek, J. S.) の化粧品の処方と機能 (Formulation and Function of Cosmetics, Wiley-Interscience、1970年) に記載され ; それぞれ参考として引用し本明細書に組み入れる。

【 0 0 8 1 】

製造方法

本発明のヘアスタイリング組成物は従来の処方および混合技術を用いて製造することができる。少なくとも1つの第四級アンモニウム部分を含有する液状の親水性非ポリマーカチオン系化合物、ヘアスタイリングポリマー及び溶媒を混合して均一な混合物を提供する。次いで、その他の任意の成分を加えて混合し、最終

組成物を生成する。ポリマーが中和される場合、中和剤は好ましくは、その他の成分を加える前に加える。ヘアスプレー製品については、組成物は従来の機械的ポンプスプレー装置に詰められるかまたは、その代わりにエアゾールスプレー製品の場合は組成物は従来のエアゾールキャニスターに適切な噴射剤システムとともに詰められる（ムースにも適用できる）。トニック、ローション、およびジェルなどの他のヘアスタイリング剤組成物は、典型的には従来の瓶またはチューブに詰められる。

#### 【 0 0 8 2 】

本発明の組成物がシリコーン微粒子状エマルジョンを含む場合、いくらかの水（又は、その他の極性物質）が存在する時にシステムにシリコーン微粒子状エマルジョンを加えることが重要である。水分は組成物中のシリコーン微粒子状エマルジョンの安定性を維持するために役立つ。好ましく存在する水の量は、ヘアスタイリングポリマーの型及びシリコーンコポリオールが存在する型に依存する。組成物がシリコーンコポリオールを含有しない場合、少なくとも約30%の水が好ましく存在する。組成物が、構造（I）（例えば、Tegopren）を有するシリコーンコポリオールを含有する場合、少なくとも約3%の水が好ましく存在する。組成物がその他のジメチコーンコポリオールを含有する場合、少なくとも約25%の水が好ましく存在する。

さらに、剪断力はエマルジョンを破壊する可能性があるので、一旦シリコーン微粒子状エマルジョンを加えたら組成物に強力な剪断率を与えないことが望ましい。さらにシリコーン微粒子状エマルジョンは典型的には任意の増粘剤または界面活性剤を加えた後に加える。

#### 【 0 0 8 3 】

##### 使用方法

本発明の組成物は、本発明のヘアケア効果を提供するために従来の方法で使用する。その方法は通常、製品の有効量を毛髪を乾燥し所望のスタイルに仕上げる前及び／又は後に、乾燥した、わずかに湿った、または濡れた毛髪に適用することを包含する。この製品の適用は、例えば機械的ポンプスプレー、加圧エアゾール容器、または他のしかるべき手段による適切な装置を使用して、標準的には製

品をスプレーまたは噴霧することによって実施される。トニック、ローション、およびジェルを含めた他のヘアスタイリング剤組成物は、典型的には従来のピンまたはチューブから分取して、直接毛髪に、または最初は手に分取した後に毛髪につける。組成物はその後乾燥させるか、または乾燥するようにさせる。「有効量」とは毛髪を保持し所望のスタイルに仕上げるために十分な量を意味する。製品特定の処方、ディスペンサーの種類、髪の長さ、およびヘアスタイルの種類にもよるが、通常は約0.5g～約30gの製品を毛髪につける。

本組成物は、この組成物の効果が実感されるその他の適用においても有用である。例えば、パーソナルケア領域又は家事領域におけるその他の適用は、シリコーン微粒子状エマルションと共にヘアスタイリング特性を有するポリマーを含有する組成物によって恩恵を受ける可能性がある。

#### 【 0 0 8 4 】

##### 【 実施例 】

以下の実施例は、本発明の範囲内の実施態様を更に記載しそして説明するものである。これらの実施例は単に説明の目的だけで示されており、そして本発明の精神及び範囲から逸脱することなく本発明の多数の改変が可能であるので、本発明を限定するものとして解釈すべきではない。成分は化学名、又はINCI名又はCTFA名により識別される。

##### 実施例 I - I I I

以下は本発明を代表するムース濃縮組成物である：

#### 【 0 0 8 5 】

##### 【 表 5 】

| 実施例:                                     | I             | II            | III           |
|--|---------------|---------------|---------------|
| 成分                                       | 重量%<br>(加えた時) | 重量%<br>(加えた時) | 重量%<br>(加えた時) |
| 水  | 80.83         | 79.50         | 78.51         |
| PVP/VA コポリマー(50%活性成分) <sup>1</sup>       | 6.00          | 6.00          | 6.00          |
| ポリクオータニウム 4 <sup>2</sup>                 | 0.50          | -             | 0.50          |
| ポリクオータニウム 4 <sup>3</sup>                 | -             | 1.00          | -             |
| グリセリン                                    | 6.00          | 6.00          | 6.00          |
| プロピレングリコール                               | 1.00          | 1.00          | 1.00          |
| キトサン乳酸塩 <sup>4</sup>                     | 0.20          | 0.20          | 0.20          |
| ウンデセス-9 <sup>5</sup>                     | 0.25          | 0.25          | 0.40          |
| 21 ステアレス 21 <sup>6</sup>                 | 0.20          | 0.20          | 0.20          |
| 防腐剤                                      | 0.92          | 0.92          | 0.92          |
| 香料                                       | 0.10          | 0.10          | 0.10          |
| クオータニウム 22(60%活性成分) <sup>7</sup>         | 2.00          | 3.33          | 4.17          |
| シリコーン微粒子状エマルジョン(25% active) <sup>8</sup> | 2.00          | 1.50          | 2.00          |

## 【 0 0 8 6 】

1 PVP/VA 735W、I S P

2 セルクエート H-100、ナショナル・スターチ

3 セルクエート L-200、ナショナル・スターチ

4 Kytamer L アメルコール (Amerchol)

5 ネオドール 1~9 シェル

6 B R I J 721 s I C I

7 セラフィル (登録商標) 60、I S P

8 カチオン系界面活性剤システムを伴い、粒子サイズが25nmで内相粘度が1, 200cpsであるDC2-1281-ダウ・コーニングシリコーン微粒子状エマルジョン (ジメチコーンコポリオールは含まない)

## 【 0 0 8 7 】

実施例 I ~ I I I の作製方法:

およそ30%の市販水にキトサン乳酸塩を完全に溶解することによってプレミックスを調製する。一貫して均一になるまでプレミックスを粉砕する。

水を130°Fまで加熱することによって主要ミックスを調製する。次いで、激しく攪拌しながらPVP/VAコポリマーとポリクオータニウム4を残りの水に溶解する。次いで攪拌しながらネオドール1~9とB R I J 721 Sを混合

物に溶解する。次にグリセリン、プロピレングリコール、及びセラフィル60を加える。次いで、激しく攪拌しながら完全に溶解するまでEDTA二ナトリウムをゆっくり加える。最後に、フェノキシエタノール、ベンジルアルコール及びシリコーン微粒子状エマルジョンを加える。

次いで、適当なエアゾール弁の付いた適当なアルミニウム缶の中で、上に記載した濃縮調製物の93%に対して最終的な缶組成物の約7%のレベルで炭化水素(A46)噴射剤を濃縮物に加える。

#### 実施例IV～VI

以下は本発明の代表的なムース濃縮組成物である：

【0088】

【表6】

| 実施例：  | IV            | V             | VI            | VII           |
|---|---------------|---------------|---------------|---------------|
| 成分  | 重量%<br>(加えた時) | 重量%<br>(加えた時) | 重量%<br>(加えた時) | 重量%<br>(加えた時) |
| 水   | 78.51         | 79.01         | 78.51         | 79.88         |
| エタノール(200 proof)                                      |               |               |               | 10.00         |
| PVP/VAコポリマー(50%活性成分) <sup>1</sup>                     | 6.00          | 6.00          | 6.00          | -             |
| ポリクオータニウム 42 <sup>2</sup>                             | 0.50          | 0.50          | 0.50          | 0.50          |
| ポリクオータニウム 11(20%活性成分) <sup>3</sup>                    |               |               |               |               |
| グリセリン   | 6.00          | 6.00          | 6.00          | 0.30          |
| プロピレングリコール  | 1.00          | 1.00          | 1.00          | -             |
| キトサン乳酸塩 <sup>4</sup>                                  | 0.20          | 0.20          | 0.20          | -             |
| ウンデセス-9 <sup>5</sup>                                  | 0.40          | 0.40          | 0.40          | -             |
| ラウロアミドDEA <sup>6</sup>                                | -             | -             | -             | 0.20          |
| ステアレス 21 <sup>7</sup>                                 | 0.20          | 0.20          | 0.20          | 0.10          |
| 防腐剤   | 0.92          | 0.92          | 0.92          | 0.92          |
| 香料  | 0.10          | 0.10          | 0.10          | 0.10          |
| ジ-ラウリルアセチル塩化ジモニウム <sup>8</sup>                        | 4.17          | -             | -             | -             |
| ラウリルメチルグルセス-10 ヒドロキシプロピル塩化ジモニウム(25%活性成分) <sup>9</sup> | -             | 4.17          | -             | -             |
| PPG-9 塩化ジエチルモニウム <sup>10</sup>                        | -             | -             | 4.17          | -             |
| クオータニウム 22(60%活性成分) <sup>11</sup>                     |               |               |               | 5.00          |
| シリコーン微粒子状エマルジョン(25%活性成分) <sup>12</sup>                | 2.00          | 1.50          | 2.00          | -             |
| シリコーン微粒子状エマルジョン(25%活性成分) <sup>13</sup>                | -             | -             | -             | 3.00          |



## 【 0 0 8 9 】

- 1 P V P / V A 735W、I S P
- 2 セルクエートH-100、ナショナル・スターチ
- 3 ガフクアット-755N、I S P
- 4 K y t a m e r L アメルコール (Amerchol)
- 5 ネオドール 1~9 シェル
- 6 モナミド 716、モナ
- 7 B R I J 721s I C I
- 8 シェルコクエートA L A、スケア・ケミカルズ (Scher Chemicals)
- 9 グルクエート (登録商標) 125、アメルコール (Amerchol)
- 10 エムコール C C 9、Witco
- 11 セラフィル (登録商標) 60、I S P
- 12 カチオン系界面活性剤システムを伴い、粒子サイズが25nmで内相粘度が1, 200 c p s であるD C 2-1281-ダウ・コーニングシリコーン微粒子状エマルジョン (ジメチコーンコポリオールは含まない)
- 13 カチオン系界面活性剤システムを伴い、粒子サイズが24nmで内相粘度が1, 200 c p s であるD C 2-5932-ダウ・コーニングシリコーン微粒子状エマルジョン

## 【 0 0 9 0 】

実施例 I V ~ V I の作製方法:

およそ30%の市販水にキトサン乳酸塩を完全に溶解することによってプレミックスを調製する。次いで一貫して均一になるまでプレミックスを粉碎する。

水を130°Fまで加熱することによって主要ミックスを調製する。次いで、激しく攪拌しながらP V P / V A コポリマーとポリクオータニウム4を残りの水に溶解する。次いで攪拌しながらネオドール1~9とB R I J 721Sを混合物に溶解する。次に、グリセリン、プロピレングリコール、及び第四級化合物を加える。次いで、激しく攪拌しながら完全に溶解するまでE D T A 二ナトリウムをゆっくり加える。最後に、フェノキシエタノール、ベンジルアルコール及びシリコーン微粒子状エマルジョンを加える。

次いで、適当なエアゾール弁の付いた適当なアルミニウム缶の中で、上に記載した濃縮調製物の93%に対して最終的な缶組成物の約7%のレベルで炭化水素(A46)噴射剤を濃縮物に加える。

# 【0091】

## 実施例V11の作製方法：

水の1/2に（残りの1/2は、シリコーン微粒子状エマルジョン、防腐剤及び界面活性剤をプレミックスするためにとっておく）エタノールを加えることによって第1のプレミックスを調製する。次にエタノール/水に均一に溶解するまでセルクエートH-100と混合物を混合する。均一に溶解するまでガフクアット-755Nを加える。激しく攪拌しながら、香料、第四級化合物、及びグリセリンを加える。

残りの水に加熱して（120°F）攪拌しながら、界面活性剤（ラウロアミドDEA、ステアレス21）をとかすことによって第2のプレミックスを調製する。界面活性剤が完全に溶解したら加熱を止める。

次に、激しく攪拌しながら防腐剤及びシリコーン微粒子状エマルジョンを混合物に加える。

濃縮の最終段階には、激しく攪拌しながら第1及び第2のプレミックスを混合すること及び総充填量の7%で適当なムース弁を付けた適当なアルミニウム缶に濃縮物を入れることが含まれる。弁は缶にかしめ、脱気するためにバキュームを適用する。次いで、噴射剤で缶を加圧する。

# 【0092】

| 缶組成物：                 | 重量%   |
|-----------------------|-------|
| 濃縮組成物（上記）             | 93.00 |
| ハイドロフルオロカーボン152A（噴射剤） | 4.76  |
| イソブタン（A31噴射剤）         | 2.24  |

## 実施例IX～XI

以下は本発明の代表的なジェル組成物である：

# 【0093】

## 【表7】

| 実施例   | IX    | X     | XI    |
|---|-------|-------|-------|
| 成分  | 重量%   | 重量%   | 重量%   |
| 水   | 80.03 | 74.75 | 81.55 |
| エタノール   | 5.00  | 16.00 | -     |
| PVP <sup>1</sup>                                | -     | -     | 2.00  |
| PVP/VAコポリマー(50%活性成分) <sup>2</sup>               | 6.00  | -     | 3.00  |
| ポリクオータニウム 16 <sup>3</sup>                       | -     | 2.00  | -     |
| ポリクオータニウム 47 <sup>4</sup>                       | -     | -     | 0.50  |
| ベンゾフェノン-4 <sup>5</sup>                          | -     | 0.10  | -     |
| イソステアレス 20 <sup>6</sup>                         | 0.30  | -     | 0.30  |
| 香料  | 0.20  | 0.20  | 0.20  |
| ジエチレングリコール <sup>7</sup>                         | 0.30  | -     | -     |
| プロピレングリコール                                      | -     | -     | 0.20  |
| トリエタノールアミン <sup>8</sup>                         | 0.47  | -     | -     |
| グリセリン   | 0.25  | -     | 0.25  |
| カーボマー <sup>9</sup>                              | 0.50  | -     | -     |
| ヒドロキシプロピルグアー <sup>10</sup>                      | -     | 1.00  | -     |
| ヒドロキシエチルセルロース <sup>11</sup>                     | -     | -     | 1.00  |
| イソステアルアミドプロピルエチルジモニウム<br>メトサルフェート <sup>12</sup> | 4.00  | -     | -     |
| PPG-40塩化ジエチルモニウム <sup>13</sup>                  | -     | -     | 6.00  |
| クオータニウム22(60%活性成分) <sup>14</sup>                | -     | 2.00  | -     |
| シリコーン微粒子状エマルション(25%活<br>性成分) <sup>15</sup>      | 2.00  | -     | -     |
| シリコーン微粒子状エマルション(37%活<br>性成分) <sup>16</sup>      | -     | 3.00  | -     |
| シリコーン微粒子状エマルション(25%活<br>性成分) <sup>17</sup>      | -     | -     | 2.00  |
| 防腐剤   | 0.95  | 0.95  | -     |

## 【 0 0 9 4 】

- 1 P V P K-30、I S P
- 2 P V P / V A 735W、I S P
- 3 ルビクアット F C 550、B A S F
- 4 メルクエート-2001、C a l g o n
- 5 ウビヌル M S - 40、B A S F
- 6 アロサーフ 66 E - 20、Witco
- 7 ジエチレングリコール、アッシュランド (Ashland)
- 8 トリエタノールアミン、ダウケミカル (Dow Chemical)
- 9 カルボボール 940、B F グッドリッチ (Goodrich)
- 10 ジャガール H P - 105、ローヌ・プーラン (Rhone-Poulenc)
- 11 セロサイズ P C G - 10、アメルコール (Amerchol)

- 1 2 シェルコクエート I A S、スケア・ケミカルズ (Scher Chemicals)
- 1 3 エムコール C C 42、ワイトコ (Witco)
- 1 4 セラフィル (登録商標) 60、I S P
- 1 5 アニオン系／ノニオン系界面活性剤系及び内相粘度 = 70, 000 c p s のシリコーンを伴った粒子サイズが 33nm のダウ・コーニングの D C - 1845 シリコーン微粒子状エマルション
- 1 6 カチオン系界面活性剤系を伴い、粒子サイズが 2 4 nm の D C 2 - 5932 - ダウ・コーニングシリコーン微粒子状エマルションおよび内相粘度が 1, 200 c p s であるシリコーン。
- 1 7 アニオン系／ノニオン系界面活性剤系及び内相粘度 = 100, 000 c p s のシリコーンを伴った粒子サイズが 50nm のダウ・コーニングの D C - 1550 シリコーン微粒子状エマルション

#### 【 0 0 9 5 】

##### 実施例 I X の作製方法：

3 0 % のバッチ水 ( 1 0 0 ° F ) に激しく攪拌しながら P V P / V A コポリマーを完全に溶解することによってプレミックスを調製する。攪拌を続けながら、以下の順にジエチレングリコール、イソステアレスー 2 0、香料、グリセリン、エタノール、第四級化合物及び防腐剤を加える。

5 0 % のバッチ水 ( 1 2 0 ° F ) に、カーボマーが完全に水和するまでカーボマーを溶解することによって激しく攪拌しながら最終混合物を調製する。緩やかに攪拌しながらカーボマー／水にトリエタノールアミンを加え、ゲル化させる。攪拌を続けながら、プレミックス及びシリコーン微粒子状エマルション ( 残りの水と一緒にしたプレミックス ) を混合物に加える。

#### 【 0 0 9 6 】

##### 実施例 X の作製方法：

中程度に攪拌しながら 6 0 % の水にポリクオータニウム 1 6 - を加えることによってプレミックスを調製する。次に激しく攪拌しながらベンゾフェノン、エタノール、香料、第四級化合物及び防腐剤を加える。

グアーが完全に水和するまで、激しく混合しながら 3 0 % の水にヒドロキシブ

ロピルグアーを加えることによって最終混合物を調製する。次に、緩やかに攪拌しながらプレミックスを加える。次いで緩やかに攪拌しながらシリコーン微粒子状エマルジョン（残りの水と一緒にしたプレミックス）を混合物に加える。

# 【 0 0 9 7 】

## 実施例 X I の作製方法：

30%のバッチ水（120° F）に激しく攪拌しながらPVP及びPVP/V Aコポリマーを完全に溶解することによってプレミックスを調製する。攪拌を続けながらイソステアレスー20及び香料を加え、次いで混合物の加熱を止める。激しく攪拌しながら、グリセリン、メルクエート2001、第四級化合物及び防腐剤を加える。

50%のバッチ水（155° F）にH E Cが完全に水和するまで激しく攪拌しながらH E Cを加えることにより最終混合物を調製する。緩やかに攪拌しながらプレミックス、次いでシリコーン微粒子状エマルジョン（残りの水と一緒にしたプレミックス）を加える。

## 実施例 X I I

以下は、本発明の代表的な非エアゾールムース組成物である：

# 【 0 0 9 8 】

【 表 8 】

| 成分  | 重量%   |
|---|-------|
| 水   | 84.04 |
| PVP/V Aコポリマー(50%活性成分) <sup>1</sup>              | 3.00  |
| PVP/メタクリル酸ジメチルアミノエチルコポリマー(20%活性成分) <sup>2</sup> | 2.50  |
| ココイルイセチオン酸ナトリウム <sup>3</sup>                    | 0.75  |
| イソステアレスー10 <sup>4</sup>                         | 0.10  |
| 香料  | 0.10  |
| 防腐剤   | 0.91  |
| クオータニウム22(60%活性成分) <sup>5</sup>                 | 6.60  |
| シリコーン微粒子状エマルジョン(25%活性成分) <sup>6</sup>           | 2.00  |

# 【 0 0 9 9 】

1 P V P / V A 735W、I S P

2 コポリマー 845、I S P

- 3 アエロサーフ 66E10、ワイトコ (Witco)
- 4 タウラノ I-78、フィネテックス (F i n e t e x)
- 5 セラフィル (登録商標) 60、I S P
- 6 カチオン系界面活性剤系を伴い、粒子サイズが25nmで内相粘度が1, 200 c p s であるDC2-1281-ダウ・コーニングシリコーン微粒子状エマルジョン (ジメチコンコポリオールは含まない)

## 【 0 1 0 0 】

半分の水にポリマーPVP/VACOPOLIMER及びコポリマー845の両方を攪拌しながら加え、次いで第四級化合物及び防腐剤を加えることによって第1のプレミックスを調製する。

40%の水にココイルイセチオン酸ナトリウムを加える (加熱と激しい攪拌が必要である可能性あり) ことによって第2のプレミックスを調製する。イソステアレス-10と香料を混合し、攪拌しながら混合物に加える。次に攪拌しながら、シリコーン微粒子状エマルジョン、残りの水 (10%) と一緒にしたプレミックスを加える。

濃縮の最終段階には第1及び第2のプレミックスを混合することが含まれる。

## 実施例 X I I I

以下は本発明の代表的なスカルプティング (Sculpting) スプレーである:

## 【 0 1 0 1 】

【表 9】

## 濃縮組成物:

| 成分   | 重量%   |
|--|-------|
| エタノール (200 度)                                      | 51.50 |
| PVM/MAポリマーのブチルエステル (エタノール中の 50% 活性成分) <sup>1</sup> | 12.00 |
| 香料   | 0.10  |
| 水  | 32.64 |
| アミノメチルプロパノール <sup>2</sup>                          | 0.26  |
| PEG-2 塩化ココモニウム <sup>3</sup>                        | 0.50  |
| シリコーン微粒子状エマルジョン (25% 活性成分) <sup>4</sup>            | 3.00  |

## 【 0 1 0 2 】

- 1 オムニレッツ-2000、I S P

- 2 AMP-95、アングス (Angus)
- 3 バリクエート K638、ワイトコ (Witco)
- 4 アニオン系／ノニオン系界面活性剤系を伴い、粒子サイズが33nmで内相粘度が77,000cpsであるDC2-1845-ダウ・コーニングシリコーン微粒子状エマルジョン

## 【 0 1 0 3 】

この製品はアルコールと水（95%の水）を混合することによって調製する。攪拌を始め、中和剤（アミノメチルプロパノール）を加える。次いで、完全に溶解するまでオムニレッツ-2000と混合物を加える。次いで、攪拌しながら芳香剤を加える。シリコーン微粒子状エマルジョンプレミックスを残りの水と共に加える。最後に第四級化合物を加える。

## 実施例 X I V

以下は、本発明の代表的なスプレージェル組成物である。

## 【 0 1 0 4 】

【 表 1 0 】

| 成分                                    | 重量%   |
|---------------------------------------|-------|
| エタノール                                 | 38.00 |
| PVP/VAコポリマー(50%活性成分) <sup>1</sup>     | 6.00  |
| ポリクオータニウム 11 <sup>2</sup>             | 0.50  |
| イソステアレス 20 <sup>3</sup>               | 0.30  |
| 香料                                    | 0.20  |
| ジエチレングリコール <sup>4</sup>               | 0.30  |
| 水                                     | 47.50 |
| グリセリン                                 | 0.25  |
| PEG-15 塩化ココモニウム <sup>5</sup>          | 2.00  |
| シリコーン微粒子状エマルジョン(25%活性成分) <sup>6</sup> | 2.00  |
| 防腐剤                                   | 0.95  |

## 【 0 1 0 5 】

- 1 PVP/VA 735W、ISP
- 2 ガフクアット-755N、ISP
- 3 アロサーフ 66E-20、ワイトコ (Witco)
- 4 ジエチレングリコール、アッシュランド (Ashland)
- 5 バリクエート K1215

6 粒子サイズが30nmで内相粘度が1,500 ( c p s ) であるDC2-1281-ダウ・コーニングシリコーン微粒子状エマルジョン

【 0 1 0 6 】

この濃縮物は、エタノールとバッチ水に攪拌しながらポリクオータニウム11及びPVP/VACOPOLマーを完全に溶解することによって調製する。激しい攪拌を続けながら、ジエチレングリコール、イソステアレス-20、香料、グリセリン及び防腐剤を加える。次に緩やかに攪拌しながら、シリコーン微粒子状エマルジョンを混合物に加える。

実施例 XV

以下は、本発明の代表的な非エアゾールヘアスプレー組成物である：

【 0 1 0 7 】

【 表 1 1 】

| 成分                                    | 重量%   |
|---------------------------------------|-------|
| エタノール(200度)                           | 55.00 |
| アクリレートコポリマー <sup>1</sup>              | 4.00  |
| ジメチルミリスチルアミン                          | 0.10  |
| イソドデカン <sup>2</sup>                   | 0.50  |
| 香料                                    | 0.10  |
| アジピン酸ジイソブチル <sup>3</sup>              | 0.10  |
| 水酸化ナトリウム溶液(30%活性成分)                   | 1.29  |
| 水                                     | 33.91 |
| クオータニウム 22(60%活性成分) <sup>4</sup>      | 1.00  |
| シリコーン微粒子状エマルジョン(25%活性成分) <sup>5</sup> | 4.00  |

【 0 1 0 8 】

1 75/25タートルブチルアクリレート／アクリル酸／、重合体分子量=80,000

2 パーメチル 99A、プレスパー社 ( P r e s p e r s e I n c . )

3 プラスター D I B A、C . P . ホール ( H a l l )

4 セラフィル (登録商標) 60、I S P

5 アニオン系／ノニオン系界面活性剤系及び内相粘度=77,000 ( c p s ) のシリコーンを伴った粒子サイズが49nmのダウ・コーニングのDC-2-5791シリコーン微粒子状エマルジョン

【 0 1 0 9 】



この製品は激しく攪拌しながら、エタノール中にアクリレートコポリマーを完全に溶解することによって調製する（目に見える白片があってはならない）。激しい攪拌を続けながら、ジメチルミリスタルアミン、イソドデカン、香料及びDIBAを加える。攪拌しながらNaOHをゆっくり加える。完全な中和反応を達成することが重要である。次いで、均一な混合物が得られるまで水と混合物を加える。攪拌しながらシリコーン微粒子状エマルジョンを混合物に加え、最後に第四級化合物を加える。

#### 実施例XV I

以下は、本発明の代表的なエアゾールヘアスプレー組成物である：

【 0 1 1 0 】

【 表 1 2 】

| 成分                                    | 重量%   |
|---------------------------------------|-------|
| エタノール(200度)                           | 40.0  |
| メチルメタクリレートコポリマー(50%活性成分) <sup>1</sup> | 5.0   |
| 香料                                    | 0.10  |
| シクロメチコーン                              | 0.30  |
| アミノメチルプロパノール(AMP)                     | 0.70  |
| 水                                     | 24.50 |
| ジ-ラウリルアセチル塩化ジモニウム <sup>2</sup>        | 0.22  |
| シリコーン微粒子状エマルジョン(25%活性成分) <sup>3</sup> | 1.00  |
| 腐食阻害剤                                 | 0.18  |
| ジメチルエーテル(噴射剤)                         | 14.00 |
| イソブタン(噴射剤)                            | 14.00 |

【 0 1 1 1 】

- 1 バランスCR、ナショナル・スターチ
- 2 シェルコクエートALA、スケア・ケミカルズ(Scher Chemicals)
- 3 アニオン系／ノニオン系界面活性剤及び内相粘度=70,000cpsのシリコーンを伴った粒子サイズが33nmのダウ・コーニングのDC-1845シリコーン微粒子状エマルジョン

【 0 1 1 2 】

この濃縮物はエタノールに攪拌しながらAMPを加えることによって調製する。攪拌しながら、メタクリレートコポリマーを混合物に加える。次に攪拌しなが

らシクロメチコーン及び香料を混合物に加える。次いで、腐食阻害剤を水に加え、水をバッチに加える。バッチ濃縮物を好適な弁の付いた好適な容器に入れ、噴射剤で加圧する。

#### 実施例XV I I及びXV I I I

以下は、本発明の代表的なスプレーコンディショナー組成物及びヘアトニックである：

【 0 1 1 3 】

【表 1 3】

| 実施例                                   | XVII      | XVIII |
|---------------------------------------|-----------|-------|
| 成分                                    | 重量%       | 重量%   |
| 水                                     | 90.31     | 82.38 |
| PVP/VAコポリマー(50%活性成分) <sup>1</sup>     | 1.00      | 1.00  |
| ポリクアテリウム-11 <sup>2</sup>              | -         | 0.50  |
| ポリクアテリウム-37 <sup>3</sup>              | 1.00      | -     |
| プロピレングリコールジカプリレート/ジカプリート <sup>3</sup> |           | -     |
| PPG-1 トリデセス-6 <sup>3</sup>            |           | -     |
|                                       | (3成分の合計%) |       |
| PEG-4 <sup>4</sup>                    | 0.45      | -     |
| PEG 5M <sup>5</sup>                   | 0.01      | -     |
| オクチルメキシケイ皮酸塩 <sup>6</sup>             | 0.01      | -     |
| 防腐剤                                   | 0.52      | 0.52  |
| ジメチコーン <sup>7</sup>                   | 0.42      | -     |
| グリセリン                                 | -         | 6.00  |
| プロピレングリコール                            | -         | 0.5   |
| 香料                                    | 0.11      | 0.10  |
| クアテリウム-22(60%活性成分) <sup>8</sup>       | 4.17      | 6.00  |
| シリコーン微粒子状エマルジョン(25%活性成分) <sup>9</sup> | 2.00      | 3.00  |

【 0 1 1 4 】

- 1 PVP/VA 735W、ISP
- 2 ガフクアット 755、ISP
- 3 サルケア SC96、アライドコロイド(Allied Colloids)
- 4 カーボワックス PEG200、ユニオン・カーバイド(Union Carbide)
- 5 ポリオックス WSR-80、アメルコール(Amerchol)
- 6 エスカロール 557、ISP
- 7 GE Tween GEツイーン エマルジョンCM2233、G.E.

8 セラフィル（登録商標）60、I S P

9 カチオン系界面活性剤系を伴い、粒子サイズが25nmで内相粘度が1, 200 c p s であるDC2-1281-ダウ・コーニングシリコーン微粒子状エマルション（ジメチコーンコポリオールは含まない）

**【 0 1 1 5 】**

実施例X V I I 及びX V I I I の作製方法：

上に列挙した成分を列挙した順に攪拌しながら一度に混合する。

## 【 国際調査報告 】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

|   |   |   |
|---|---|---|
| Intern. Appl. No.<br>PCT/IB 99/01030  |   |   |
| A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER<br>IPC 6 A61K7/06 A61K7/11  |   |   |
| According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC   |   |   |
| B. FIELDS SEARCHED<br>Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)<br>IPC 6 A61K   |   |   |
| Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched   |   |   |
| Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)  |   |   |
| C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT  |   |   |
| Category *  | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages      | Relevant to claim No.   |
| P, X  | WO 99 22698 A (PROCTER & GAMBLE)<br>14 May 1999 (1999-05-14)<br>the whole document      | 1-36  |
| P, X  | WO 99 22702 A (PROCTER & GAMBLE)<br>14 May 1999 (1999-05-14)<br>the whole document      | 1-36  |
| X   | US 4 733 677 A (GEE RONALD P ET AL)<br>29 March 1988 (1988-03-29)<br>the whole document | 1   |
| A   | WO 97 15275 A (PROCTER & GAMBLE)<br>1 May 1997 (1997-05-01)<br>the whole document       | 1   |
| -/-   |   |   |
| <input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.  |   | <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.  |
| * Special categories of cited documents :<br>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance<br>"E" earlier document but published on or after the international filing date<br>"L" document which may throw doubts on priority claims) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)<br>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means<br>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed |   | "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention<br>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone<br>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.<br>"&" document member of the same patent family |
| Date of the actual completion of the international search<br>6 September 1999   |   | Date of mailing of the international search report<br>13/09/1999  |
| Name and mailing address of the ISA<br>European Patent Office, P.B. 5618 Patentlaan 2<br>NL - 2280 HV Rijswijk<br>Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl<br>Fax: (+31-70) 340-3016   |   | Authorized officer<br>Couckuyt, P   |

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern al Application No  
PCT/IS 99/01030

| C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT |   |                       |
|--|---|-----------------------|
| Category *   | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                          | Relevant to claim No. |
| A  | EP 0 529 883 A (UNILEVER PLC ;UNILEVER NV<br>(NL)) 3 March 1993 (1993-03-03)<br>the whole document<br>----- | 1                     |
| A  | WO 98 19654 A (PROCTER & GAMBLE)<br>14 May 1998 (1998-05-14)<br>the whole document<br>-----                 | 1                     |

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No.  
PCT/IB 99/01030

| Patent document<br>cited in search report | Publication<br>date | Patent family<br>member(s) | Publication<br>date |
|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| WO 9922698 A                              | 14-05-1999          | AU 9555598 A               | 24-05-1999          |
| WO 9922702 A                              | 14-05-1999          | AU 9555498 A               | 24-05-1999          |
| US 4733677 A                              | 29-03-1988          | CA 1302282 A               | 02-06-1992          |
|   |                     | DE 3774845 A               | 09-01-1992          |
|   |                     | EP 0270249 A               | 08-06-1988          |
|   |                     | JP 1914018 C               | 23-03-1995          |
|   |                     | JP 4078607 B               | 11-12-1992          |
|   |                     | JP 63130517 A              | 02-06-1988          |
| WO 9715275 A                              | 01-05-1997          | AU 7455896 A               | 15-05-1997          |
|   |                     | CN 1200664 A               | 02-12-1998          |
|   |                     | EP 0861064 A               | 02-09-1998          |
|   |                     | JP 10512294 T              | 24-11-1998          |
| EP 0529883 A                              | 03-03-1993          | AT 147964 T                | 15-02-1997          |
|   |                     | AU 651236 B                | 14-07-1994          |
|   |                     | AU 2104092 A               | 18-02-1993          |
|   |                     | CA 2075767 A               | 17-02-1993          |
|   |                     | DE 69216953 D              | 06-03-1997          |
|   |                     | DE 69216953 T              | 12-06-1997          |
|   |                     | ES 2098453 T               | 01-05-1997          |
|   |                     | GR 3023138 T               | 30-07-1997          |
|   |                     | JP 5194142 A               | 03-08-1993          |
|   |                     | JP 7080740 B               | 30-08-1995          |
|   |                     | KR 9615951 B               | 25-11-1996          |
|   |                     | ZA 9206141 A               | 14-02-1994          |
| WO 9819654 A                              | 14-05-1998          | JP 11500458 T              | 12-01-1999          |

---

フロントページの続き

(71)出願人 ONE PROCTER & GANBL  
E PLAZA, CINCINNATI,  
OHIO, UNITED STATES  
OF AMERICA

(72)発明者 クールマン, デニス ユージーン  
アメリカ合衆国オハイオ州、ミドルタウ  
ン、ダートフォード、ウェイ 6060

F ターム(参考) 4C083 AB032 AB051 AC101 AC102  
AC121 AC122 AC171 AC211  
AC212 AC372 AC392 AC542  
AC691 AC692 AC792 AD041  
AD042 AD071 AD072 AD092  
AD161 AD162 AD172 AD281  
AD282 AD321 AD322 AD352  
CC32 DD08 DD41 EE06 EE07  
EE28 FF05